

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN ANTONIO ABAD DEL CUSCO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS, FÍSICAS Y MATEMÁTICAS**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE FÍSICA**



**TESIS**

**SÍNTESIS DE PELÍCULAS DELGADAS DE TÁNTALO POR LA  
TÉCNICA DE MAGNETRÓN SPUTTERING Y SU  
CARACTERIZACIÓN MECÁNICA**

**PRESENTADA POR:**

Br. ABAD EDIHUAY QUISPE HUILLCA

**PARA OPTAR AL TÍTULO PROFESIONAL  
DE FÍSICO**

**ASESOR:**

Dr. PASTOR RAÚL CHURA SERRANO

**CO-ASESOR:**

Dr. BRAULIO RAFAEL PUJADA BERMÚDEZ

**CUSCO – PERÚ**

**2026**



# Universidad Nacional de San Antonio Abad del Cusco

## INFORME DE SIMILITUD

(Aprobado por Resolución Nro.CU-321-2025-UNSAAC)

El que suscribe, el **Asesor** PASTOR RAUL CHURA SERRANO  
..... quien aplica el software de detección de similitud al  
trabajo de investigación/tesis titulada: SÍNTESIS DE PELÍCULAS DELGADAS DE TÁNTALO  
POR LA TÉCNICA DE MAGNETRÓN SPUTTERING Y SU CARACTERIZACIÓN MECÁNICA  
.....  
.....

Presentado por: ABAD EDIHUAY QUISPE HUILLCA DNI N° 76743674 ;  
presentado por: ..... DNI N°: .....  
Para optar el título Profesional/Grado Académico de FÍSICO  
.....

Informo que el trabajo de investigación ha sido sometido a revisión por 2 veces, mediante el  
Software de Similitud, conforme al Art. 6° del **Reglamento para Uso del Sistema Detección de**  
**Similitud en la UNSAAC** y de la evaluación de originalidad se tiene un porcentaje de 9 %.

### Evaluación y acciones del reporte de coincidencia para trabajos de investigación conducentes a grado académico o título profesional, tesis

Porcentaje	Evaluación y Acciones	Marque con una (X)
Del 1 al 10%	No sobrepasa el porcentaje aceptado de similitud.	<input checked="" type="checkbox"/>
Del 11 al 30 %	Devolver al usuario para las subsanaciones.	<input type="checkbox"/>
Mayor a 31%	El responsable de la revisión del documento emite un informe al inmediato jerárquico, conforme al reglamento, quien a su vez eleva el informe al Vicerrectorado de Investigación para que tome las acciones correspondientes; Sin perjuicio de las sanciones administrativas que correspondan de acuerdo a Ley.	<input type="checkbox"/>

Por tanto, en mi condición de Asesor, firmo el presente informe en señal de conformidad y **adjunto**  
las primeras páginas del reporte del Sistema de Detección de Similitud.

Cusco, 21 de enero de 2026



Firma

Post firma Pastor Raúl Chura Serrano

Nro. de DNI 23824828

ORCID del Asesor 0000-0001-8130-8127

#### Se adjunta:

- Reporte generado por el Sistema Antiplagio.
- Enlace del Reporte Generado por el Sistema de Detección de Similitud: oid: 27259:548008634

# ABAD EDIHUAY QUISPE HUILLCA

## SÍNTESIS DE PELÍCULAS DELGADAS DE TÁNTALO POR LA TÉCNICA DE MAGNETRÓN SPUTTERING Y SU CARACTERIZAC...

 Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco

### Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::27259:548008634

Fecha de entrega

21 ene 2026, 12:46 p.m. GMT-5

Fecha de descarga

21 ene 2026, 1:05 p.m. GMT-5

Nombre del archivo

SÍNTESIS DE PELÍCULAS DELGADAS DE TÁNTALO POR LA TÉCNICA DE MAGNETRÓN SPUTTERING ....docx

Tamaño del archivo

71.0 MB

143 páginas

30.462 palabras

173.866 caracteres




# 9% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

## Filtrado desde el informe

- ▶ Bibliografía
- ▶ Texto citado
- ▶ Texto mencionado
- ▶ Coincidencias menores (menos de 15 palabras)

## Fuentes principales

- 9%  Fuentes de Internet
- 1%  Publicaciones
- 3%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

## Marcas de integridad

### N.º de alertas de integridad para revisión

No se han detectado manipulaciones de texto sospechosas.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

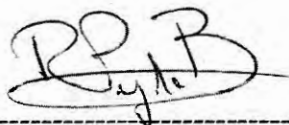
Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

**TESIS PRESENTADA COMO REQUISITO PARA OPTAR EL TITULO  
PROFESIONAL DE FÍSICO**



---

Asesor: Dr. Pastor Raúl Chura Serrano  
Universidad Nacional de San Antonio Abad del cusco



---

Co-Asesor: Dr. Braulio Rafael Pujada Bermúdez  
Universidad Nacional de Ingeniería



---

Tesista: Br. Abad Edihuay Quispe Huillca

## DEDICATORIAS

*A Dios, cuya luz y amor han iluminado mi camino, guiándome con constancia en este viaje de aprendizaje y crecimiento.*

*A mi amada familia: mis padres, Abad Quispe Ccoillo y Antonia Huillca Tunqui; a mis hermanas, Harlet Tonia Quispe Huillca e Iguenia Karola Quispe Huillca, por su amor inmenso, sacrificio y apoyo inquebrantable. Gracias por ser mi mayor inspiración y por enseñarme, con su ejemplo, el valor del esfuerzo, la humildad y la perseverancia.*

*A mis abuelos, Nazario Quispe Condori, Tomasa Tunqui Suyo y Gabriela Timotea Ccoillo Flores (+), por su sabiduría, cariño y ejemplo de vida. Sus enseñanzas me han dejado una huella en mi corazón que han guiado mis pasos con amor y esperanza.*

*A mis tíos, Francisco Quispe Ccoillo y familia; Carolina Huillca Tunqui y familia; Edihuay Huillca Tunqui y familia por su afecto sincero, confianza y apoyo contante. Gracias por acompañarme en cada etapa, por sus palabras de ánimo y motivación en mi vida académica y personal.*

*A mis amigos y mejores amigos Max y Aldair, por su apoyo incondicional y sus palabras de aliento. De igual manera, a mis mascotas Camote, Rambo, Bobby, Misti (+) y Oso (+), por su constante compañía.*

*A Tony Stark, que me enseñó que a veces el sacrificio salva a los demás; al capitán Jack Sparrow, por enseñarme que jamás debo de perder de vista el horizonte (ni el ron); y a CR7, que me enseñó que la verdadera grandeza va con la humildad. Y por último a YT Music y Spotify, por endulzar mis odios cada día con la playlists de las prohibidas rompe corazones.*

**¡YO SOY IRON MAN! ¡SIUUU!**

*Abad Edihuay Quispe Huillca*

## AGRADECIMIENTOS

*El tesista, ahora Físico de profesión, deseo expresar mi profundo agradecimiento a Dios, así como a mi familia y amistades, por el invaluable apoyo brindado durante todo el proceso de formación académica.*

*Expreso mi especial reconocimiento y gratitud a mis asesores, el Dr. Pastor Raúl Chura Serrano y el Dr. Braulio Rafael Pujada Bermúdez, por compartir conmigo valiosos conocimientos científicos, inculcarme principios y valores, y por su constante acompañamiento que hizo posible la culminación de esta investigación.*

*Expreso mi profundo agradecimiento al Dr. Junior David Asencios Rojas por su apoyo constante a lo largo del proceso experimental de la tesis. Y a los profesores: Dr. Milton Rojas, Dr. Walter Kehuarucho, Ing. Guiulfo Gamarra y a la Mgt. Cirila Santa Cruz por su dedicación y motivación en cada etapa de mi formación profesional, que han contribuido de manera decisiva a lo que soy ahora.*

*Agradezco de corazón a mi alma mater, la tricentenaria Universidad Nacional de San Antonio Abad del Cusco, en especial a la Facultad de Ciencias Químicas, Físicas y Matemáticas y a la Escuela Profesional de Física, por forjarme en sus aulas para ser un mejor profesional. Extiendo también mi gratitud a toda su plana docente por brindarme las bases teóricas y prácticas que sustentan mi desenvolvimiento profesional.*

*Agradezco también de corazón a mi segunda casa de estudios, la Universidad Nacional de Ingeniería, en especial a la Facultad de Ciencias y a las Escuelas Profesionales de Ingeniería Física y Física, por haber contribuido de manera significativa a mi formación académica y profesional. Extiendo asimismo mi gratitud al cuerpo académico por transmitirme los conocimientos fundamentales y la preparación práctica en ciencias e ingeniería que hoy respaldan mi desempeño profesional.*

*Finalmente, deseo expresar mi agradecimiento a mi distrito de San Pablo y de manera especial a la comunidad de Chara, cuna de la bandurria y de los eternos carnavales, que representan la esencia de nuestra cultura y tradiciones, y a mi colegio Inca Pachacútec. Ellos, junto con las personas que de una u otra manera contribuyeron a mi formación académica y profesional, han sido motivo de inspiración y orgullo. Este trabajo también es fruto de su apoyo y de la riqueza cultural que me impulsa a seguir adelante. ¡GRACIAS A TODOS!*

*El autor*

## INDICE GENERAL

DEDICATORIA .....	3
AGRADECIMIENTOS .....	4
INDICE GENERAL .....	5
ÍNDICE DE TABLAS .....	8
ÍNDICE DE FIGURAS .....	9
RESUMEN .....	12
ABSTRACT .....	13
INTRODUCCIÓN .....	14
CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	16
1.1.    Situación problemática .....	16
1.2.    Formulación del problema.....	18
1.2.1. Problema general .....	18
1.2.2. Problemas específicos .....	19
1.3.    Justificación de la investigación.....	19
1.4.    Objetivos de la investigación .....	22
1.4.1. Objetivo general .....	22
1.4.2. Objetivos específicos.....	22
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO .....	23
2.1.    Bases teóricas .....	23
2.1.1. Películas delgadas .....	23
2.1.1.1. Recubrimientos duros .....	24
2.1.2. Sputtering (Pulverización catódica) .....	26
2.1.2.1. Principios básicos de sputtering.....	27
2.1.2.2. Proceso sputtering .....	29
2.1.2.3. Pulverización catódica asistida por campo magnético.....	31
2.1.2.4. Sputtering reactivo .....	33
2.1.3. Sputtering a corriente directa (DC) .....	34
2.1.3.1. Bias sputtering .....	37



2.1.3.2. Plasma en sputtering .....	39
2.1.4. Magnetron sputtering .....	42
2.1.4.1. Sistema sputtering con magnetron balanceado “BM” .....	44
2.1.4.2. Sistema sputtering con magnetron desbalanceado “UBM” .....	46
2.1.5. Crecimiento de película.....	47
2.1.5.1. Condensación y nucleación.....	48
2.1.5.2. Crecimiento de núcleos.....	49
2.1.5.3. Formación de interface .....	51
2.1.5.4. Crecimiento de recubrimientos .....	55
2.1.5.5. Evolución de la estructura de la película .....	57
2.1.5.5.1. Proceso cinético.....	58
2.1.5.5.2. Coalescencia de isla.....	60
2.1.5.5.3. Crecimiento de grano .....	61
2.1.6. Técnicas de caracterización.....	62
2.1.6.1. Estrés en películas delgadas .....	62
2.1.6.1.1. Medición del estrés: método de curvatura y ecuación de Stoney ....	64
2.1.6.2. Nanoindentación en películas delgadas .....	66
2.1.6.3. SEM en películas delgadas .....	70
2.2. Marco conceptual .....	74
2.2.1. Campo magnético debido a imanes permanentes .....	74
2.2.2. Transferencia de calor .....	75
2.2.3. Sistema de vacío.....	78
2.2.4. Variables durante el proceso de sputtering .....	79
2.2.4.1. Temperatura .....	79
2.2.4.2. Potencia.....	80
2.2.4.3. Presión.....	81
2.2.4.4. Tensiones residuales y adhesión de la película.....	82
2.3. Antecedentes de la investigación .....	83
2.3.1. Antecedentes internacionales .....	83
2.3.2. Antecedentes nacionales .....	89
2.4. Hipótesis.....	90
2.4.1. Hipótesis general .....	90
2.4.2. Hipótesis específicas .....	91



## ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1 <i>CARACTERÍSTICAS PRINCIPALES DEL SUSTRATO CONSISTENTE EN OBLEA DE SILICIO (100).</i> .....	96
TABLA 2 <i>CRECIMIENTO DE LA PELÍCULA EN FUNCIÓN DEL TIEMPO</i> .....	111
TABLA 3 <i>EL ESTRÉS COMO FUNCIÓN DEL ESPESOR DE LA PELÍCULA DELGADA DE TÁNTALO.</i> .....	113

## ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1	DIAGRAMA DE LAS PROPIEDADES DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS..	25
FIGURA 2	ARQUITECTURA DE LOS RECUBRIMIENTOS .....	25
FIGURA 3	DIAGRAMA DEL FENÓMENO DE SPUTTERING. ....	27
FIGURA 4	DIAGRAMA DE LA TÉCNICA DE DEPÓSITO DE PELÍCULAS DELGADAS POR SPUTTERING .....	27
FIGURA 5	ESQUEMA SIMPLIFICADO DE UN SISTEMA DE MAGNETRÓN SPUTTERING.....	29
FIGURA 6	ESQUEMA DEL PROCESO DE INTERCAMBIO DE MOMENTUM Y ENERGÍA PARA GENERAR ESPURRO.....	30
FIGURA 7	ESQUEMA DEL FUNCIONAMIENTO DEL MAGNETRÓN SPUTTERING ASISTIDA POR CAMPO MAGNÉTICO .....	32
FIGURA 8	ESQUEMA DE LA ZONA DE DESGASTE EN EL TARGET & DESGASTE DE UN BLANCO DE TITANIO .....	32
FIGURA 9	ESQUEMA DE INTERACCIÓN DEL HAZ DE IONES INCIDENTES CON LA SUPERFICIE DEL BLANCO .....	35
FIGURA 10	ESQUEMA SIMPLE DE UN PLASMA DE DIODO QUE MUESTRA EL CÁTODO, ÁNODO Y EL POTENCIAL .....	36
FIGURA 11	SISTEMA BIAS DEL LABORATORIO DE SPUTTERING DE LA UNI.....	39
FIGURA 12	VAINA DEL PLASMA EN CONTACTO CON LA SUPERFICIE DEL MATERIAL .....	41
FIGURA 13	CORTE TRANSVERSAL DEL REACTOR I-PVD QUE UTILIZA UN PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE ICP (PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE) PARA IONIZAR ÁTOMOS PULVERIZADOS DEL BLANCO.....	42
FIGURA 14	VISTA LATERAL ESQUEMÁTICA DE LA DESCARGA DEL MAGNETRÓN PLANAR UTILIZADA PARA LA PULVERIZACIÓN CATÓDICA & CONFIGURACIÓN DEL MAGNETO CON EVAPORACIÓN IÓNICA DC DE SPUTTERING.....	43
FIGURA 15	LAS LÍNEAS DEL CAMPO MAGNÉTICO PRODUCIDOS POR LOS IMANES .....	44
FIGURA 16	MAGNETRÓN DEL LABORATORIO SPUTTERING DE LA UNI .....	44
FIGURA 17	MAGNETRÓN CONVENCIONAL UTILIZADO EN UN SISTEMA DE ESPURRO & SISTEMA SIMPLE DEL MAGNETRÓN SPUTTERING BALANCEADO .....	46
FIGURA 18	TIPOS DE CONFIGURACIÓN DEL MAGNETRÓN.....	47
FIGURA 19	ESQUEMA DEL PROCESO DE NUCLEACIÓN Y CRECIMIENTO DE UNA PELÍCULA DELGADA .....	48
FIGURA 20	ETAPAS INICIALES DEL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS MEDIANTE LA TÉCNICA DE PULVERIZACIÓN CATÓDICA PVD .....	49
FIGURA 21	TIPOS DE MECANISMOS .....	50
FIGURA 22	TIPOS DE REGIONES INTERFACIALES .....	52

FIGURA 23 ESQUEMA DE ZONAS ESTRUCTURALES DE MATERIALES DEPOSITADOS POR SPUTTERING .....	56
FIGURA 24 MORFOLOGÍA Y ESTRUCTURA DE LA PELÍCULA COMO FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA NORMALIZADA Y LA PRESIÓN .....	58
FIGURA 25 DESCRIPCIÓN DE LA POSIBLE EVOLUCIÓN DE LA ESTRUCTURA GRANULAR DURANTE EL DEPÓSITO DE PELÍCULAS DELGADAS POLICRISTALINAS, LA FORMACIÓN Y CRECIMIENTO DE ISLAS GENERA LOS LÍMITES DE GRANO.....	59
FIGURA 26 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO ILUSTRANDO LOS PROCESOS FUNDAMENTALES DE CRECIMIENTO QUE CONTROLAN LA EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL.....	60
FIGURA 27 CRECIMIENTO DE GRANO EN UNA PELÍCULA CONTINUA CON UN TAMAÑO DE GRANO EN EL PLANO CONSTANTE A LO LARGO DEL ESPESOR DE LA PELÍCULA.....	62
FIGURA 28 ESQUEMA DE UN HAZ DE LASER, PARA MEDIR LA CURVATURA DE OBLEA DE SILICIO.....	65
FIGURA 29 ESQUEMA DE DOS HACES DE LASER, PARA MEDIR LA CURVATURA DE OBLEA DE SILICIO.....	66
FIGURA 30 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA RELACIÓN CARGA-DESPLAZAMIENTO QUE MUESTRA LAS MAGNITUDES RELEVANTES EN EL ANÁLISIS DE LA DUREZA Y EL MÓDULO ELÁSTICO .....	68
FIGURA 31 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE UNA SECCIÓN A TRAVÉS DE UNA SANGRÍA QUE MUESTRA VARIAS CANTIDADES UTILIZADAS EN EL ANÁLISIS...	69
FIGURA 32 IMAGEN SEM DEL RECUBRIMIENTO DE TITANIO – NIOBIO, LABORATORIO DE CIENCIAS, UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA .....	70
FIGURA 33 ESQUEMA ESPECÍFICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO .....	71
FIGURA 34 ESQUEMA DE FUNCIONAMIENTO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO SEM .....	72
FIGURA 35 SEÑALES QUE SE ORIGINAN EN LA SUPERFICIE DE UNA MUESTRA COMO RESULTADO DE LA INTERACCIÓN CON EL HAZ DE ELECTRONES.....	72
FIGURA 36 ESQUEMA DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO SEM CON DETECTOR DE RAYOS X .....	73
FIGURA 37 CILINDRO MAGNÉTICO MACIZO .....	74
FIGURA 38 CILINDRO MAGNÉTICO HUECO.....	75
FIGURA 39 ESQUEMA DE LA CÁMARA DE VACÍO EN EL SISTEMA SPUTTERING .....	79
FIGURA 40 UBICACIÓN GEOGRÁFICA .....	92
FIGURA 41 OBLEAS DE SILICIO DE 2” (FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNI).....	96
FIGURA 42 BALANZA ANALÍTICA CALIBRADA (FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNI) .....	97
FIGURA 43 VISTA FOTOGRÁFICA DEL SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING CON LA	

<i>CÁMARA DE VACÍO DESCUBIERTA .....</i>	<i>99</i>
<i>FIGURA 44 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DEL PROCESO DE DEPOSICIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE TÁNTALO SOBRE SUSTRATOS CONSISTENTES EN OBLEAS DE SILICIO.....</i>	<i>100</i>
<i>FIGURA 45 VISTA FOTOGRÁFICA DEL SISTEMA SPUTTERING (LABORATORIO DE SPUTTERING, FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNI) .....</i>	<i>101</i>
<i>FIGURA 46 VISTA FOTOGRÁFICA DEL PLATO PORTA SUSTRATO DISTANCIADO APROXIMADAMENTE A UN MÁXIMO DE 10 CM DEL BLANCO DE TÁNTALO UBICADO SOBRE EL MAGNETRÓN.....</i>	<i>102</i>
<i>FIGURA 47 VISTA FOTOGRÁFICA DEL EQUIPO PARA REALIZAR LA MEDICIÓN DE LA CURVATURA DE OBLEA DE SILICIO (LABORATORIO DE SPUTTERING, FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNI).....</i>	<i>105</i>
<i>FIGURA 48 ESPESOR DE LA PELÍCULA DE TÁNTALO COMO FUNCIÓN DEL TIEMPO DE DEPOSICIÓN .....</i>	<i>112</i>
<i>FIGURA 49 REPRESENTACIÓN GRAFICA DEL ESTRÉS COMO FUNCIÓN DEL ESPESOR .....</i>	<i>114</i>
<i>FIGURA 50 REPRESENTACIÓN DE LA CURVA DE AJUSTE CORRESPONDIENTE A LA FÓRMULA EMPÍRICA CONSTRUIDA, ECUACIÓN (34).....</i>	<i>119</i>
<i>FIGURA 51 CURVAS DUREZA DE INDENTACIÓN VERSUS DEFORMACIÓN NORMAL PARA DOS PELÍCULAS DE ESPESORES DIFERENTES .....</i>	<i>120</i>
<i>FIGURA 52 MICROGRAFÍA DE LA PELÍCULA DE TÁNTALO DE 1400 MM, POR SEM .....</i>	<i>122</i>
<i>FIGURA 53 ESTRÉS COMO FUNCIÓN DEL ESPESOR EN PELÍCULAS DELGADAS DE TIN.....</i>	<i>125</i>

## RESUMEN

En esta investigación se sintetizaron películas delgadas de tántalo (Ta) mediante la técnica de magnetrón sputtering DC con aplicación del bias sputtering, con el objetivo de caracterizar mecánicamente estos recubrimientos para mitigar el deterioro superficial de materiales causado por procesos de corrosión, desgaste y fatiga. La deposición se realizó bajo condiciones controladas de vacío, presión y potencia, obteniéndose recubrimientos homogéneos sobre sustratos de oblea de silicio (100). La caracterización mecánica incluyó el análisis del estrés, evaluado mediante la ecuación de Stoney; ensayos de nanoindentación para determinar la dureza; y el estudio morfológico a través de la microscopía electrónica de barrido (SEM).

Los resultados mostraron que las películas presentan un régimen de estrés intrínsecamente compresivo en toda la gama de espesores estudiada, con mayores magnitudes en las capas delgadas debido a la limitada movilidad atómica y a la coalescencia inicial de islas. Al aumentar el espesor, el estrés disminuye gradualmente, reflejando mayor densificación y estabilidad estructural, fenómeno descrito por la fórmula empírica:  $A(B) = -45.52(1 - e^{-1/B})$ , donde  $A$  representa el estrés (GPa) y  $B$  el espesor (nm). La dureza promedio se ubicó entre 7.2 – 7.5 GPa, estabilizándose al superar los efectos superficiales asociados a la rugosidad y tensiones iniciales. El análisis por SEM reveló una microestructura columnar densa con microvacíos intercolumnarios, coherente con el estado tensional medido.

En conjunto, estos resultados confirman la viabilidad de obtener películas delgadas de tántalo con propiedades mecánicas estables y reproducibles, destacando su potencial en aplicaciones aeroespaciales, térmicas, electrónicas y biomédicas.

**Palabras clave:** Sputtering, Magnetrón, Estrés, Nanoindentación, Morfología

## ABSTRACT

In this research, tantalum (Ta) thin films were synthesized using the DC magnetron sputtering technique with applied substrate bias, with the objective of mechanically characterizing these coatings to mitigate surface degradation in materials caused by corrosion, wear, and fatigue processes. Deposition was carried out under controlled vacuum, pressure, and power conditions, resulting in homogeneous coatings on silicon wafer substrates with (100) crystallographic orientation. Mechanical characterization included stress analysis evaluated using the Stoney equation, nanoindentation tests to determine hardness, and morphological analysis by scanning electron microscopy (SEM).

The results showed that the films exhibit an intrinsically compressive stress regime over the entire range of thicknesses studied, with higher magnitudes in thinner layers due to limited atomic mobility and the initial coalescence of islands. As the thickness increases, the stress gradually decreases toward near-equilibrium values, reflecting enhanced densification and structural stability. This behavior is described by the empirical relationship  $A(B) = -45.52(1 - e^{-1/B})$ , where  $A$  represents stress (GPa) and  $B$  denotes thickness (nm). The average hardness ranged between 7.2 and 7.5 GPa, stabilizing once surface effects associated with roughness and initial stresses were overcome. SEM analysis revealed a dense columnar microstructure with intercolumnar microvoids, consistent with the measured stress state.

Overall, these results confirm the feasibility of producing tantalum thin films with stable and reproducible mechanical properties, highlighting their potential for aerospace, thermal, electronic, and biomedical applications.

**Keywords:** Sputtering, Magnetron, Stress, Nanoindentation, Morphology



## INTRODUCCIÓN

La Física e Ingeniería de Superficies es una disciplina clave para la Ciencia e Ingeniería de Materiales porque proporciona medios para mejorar la durabilidad y el rendimiento de elementos mecánicos y estructurales. Por ello, las películas delgadas juegan un papel muy importante, ya que éstas permiten alterar las características de los materiales de forma controlada y específica, sin cambiar o modificar su estructura interna. Las películas, con espesores que van desde los nanómetros a micrómetros, son utilizadas en una alta variedad de aplicaciones mecánicas, aeroespaciales, eléctricas, electrónicas, industriales, médicas, químicas, térmicas, etc.

Por esto, la técnica más versátil, avanzada y eficaz para estos propósitos, es la deposición de películas delgadas por Magnetron Sputtering. El cual consiste en la deposición física de vapor (PVD, *Physical Vapor Deposition*, por sus siglas en inglés), empleando un campo magnético, para aumentar la eficiencia del proceso de pulverización catódica, lo que da lugar a la producción de recubrimientos de alta calidad y uniformidad, por su capacidad de controlar con precisión el grosor y la composición de las finas capas depositadas en los sustratos o muestras. Por lo tanto, el Magnetron Sputtering es una tecnología esencial en la fabricación de dispositivos electrónicos, recubrimientos mecánicos, componentes ópticos, etc. (Westwood, 2003).

Sin embargo, las propiedades de las películas delgadas dependen directamente de los parámetros de deposición empleados con la técnica mencionada, como la potencia de la descarga, el tipo de atmósfera de plasma, la presión y temperatura de trabajo. Estos factores influyen en la estructura, morfología, resistividad, etc. Por ello, resulta fundamental comprender la interacción de los procesos de transporte de átomos/moléculas, nucleación, crecimiento y composición, con la finalidad de

optimizar la obtención de estas películas delgadas con propiedades específicas. La superficie de una componente mecánica es usualmente el área de trabajo más importante en todos los sistemas usados en la industria mecánica. Mientras están en uso, las superficies de dichas componentes están sujetas a intensos procesos de desgaste, fatiga y corrosión (Yang & Wang, 2025).

Las fallas presentes en la superficie, como consecuencia del trabajo continuo, pueden afectar no sólo la eficiencia de las componentes mecánicas, sino también aumentar el consumo de energía, un elemento cada vez más escaso en el mundo actual. En este sentido, la complejidad de las propiedades físicas y químicas de los materiales convencionales usados en la industria, que están ligados a los aspectos económicos de la corrosión, fricción y desgaste, justifican y demandan esfuerzos cada vez mayores para estudiar, entender y manipular las propiedades de las superficies de las componentes mecánicas, principalmente de aquellas que son importantes para el funcionamiento en los sistemas industriales (Pujada, 2016).

En este contexto, las películas delgadas metálicas depositadas mediante técnicas PVD presentan aún limitaciones relacionadas con sus propiedades mecánicas y morfológicas, las cuales pueden afectar su adherencia y desempeño en aplicaciones industriales exigentes. Estas debilidades se observan incluso en técnicas comunes como la evaporación y el sputtering convencional, donde las propiedades finales dependen de las condiciones de síntesis. En películas delgadas de tántalo (Ta) depositadas por magnetrón sputtering, los parámetros del proceso determinan la respuesta mecánica (estrés y dureza) y la morfología del recubrimiento. Esta investigación analiza la relación entre los parámetros de deposición y las propiedades mecánicas de películas delgadas de tántalo, con el fin de aportar al desarrollo y optimización de recubrimientos funcionales en aplicaciones tecnológicas emergentes.

## **CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

### **1.1. Situación problemática**

A lo largo de la historia, el avance en las ciencias e ingenierías ha permitido grandes innovaciones, desde la invención de la rueda hasta el desarrollo de las tecnologías más sofisticadas de la actualidad. En la mecánica, donde los equipos y máquinas están sujetos a un uso constante, uno de los principales problemas consiste en el deterioro de las superficies de los materiales debido a factores como la corrosión, el desgaste y la fatiga. Estas fallas en la superficie de los materiales tienen un impacto directo en su eficiencia, provocando un incremento en el consumo de energía y afectando negativamente su desempeño en general.

El desgaste y la corrosión no solo reducen la vida útil de los componentes mecánicos, sino que también incrementan los costos de mantenimiento y operación en diversos sectores o áreas. Estos problemas no solo son técnicos, sino también económicos, ya que la pérdida de eficiencia en los equipos mecánicos está vinculada al aumento de gastos operativos y a la necesidad de reemplazar o reparar partes de maquinarias y/o equipos. Así, la optimización de las superficies de los materiales se ha convertido en un tema clave dentro de la Ciencia de Materiales y la Mecánica.

En este contexto, la Ingeniería de Superficies propone técnicas avanzadas para modificar las propiedades de las superficies de los materiales con el fin de mejorar su resistencia al desgaste y a la corrosión, manteniendo o incluso mejorando su eficiencia operativa. Estas técnicas incluyen el uso de recubrimientos de películas delgadas, que consisten en aplicar capas muy finas de materiales con propiedades especiales sobre las superficies de los componentes mecánicos. Estos recubrimientos pueden tener espesores en el rango de micrómetros a nanómetros, permitiendo que el material

recubierto mantenga sus características fundamentales mientras se optimiza su rendimiento.

Actualmente, han surgido diversas técnicas para la deposición de películas delgadas mediante plasma, como el Magnetron Sputtering y la Evaporación de Electrones, que permiten controlar las propiedades físicas y químicas del recubrimiento. Estas técnicas son ampliamente utilizadas en las industrias tecnológicas debido a su capacidad para mejorar la resistencia de los materiales al desgaste y reducir la fricción, lo que permite aumentar la eficiencia operativa de los equipos. Sin embargo, la eficiencia de los recubrimientos depende de varios factores, incluyendo la composición, morfología y microestructura de las películas, que a su vez están influenciadas por los parámetros utilizados durante los procesos de deposición (Ohring, 2002).

Las aplicaciones de los recubrimientos de películas delgadas son amplias y abarcan diferentes campos o áreas, por ejemplo en la mecánica, se utilizan para proteger las superficies de las piezas sometidas a desgaste constante, como los componentes de máquinas y motores (pistones); en la industria espacial (cohetes y satélites), estos recubrimientos se aplican para proteger los componentes ante los fenómenos estelares y del ambiente hostil del espacio; también en la minería, donde se usan en las máquinas perforadoras de suelos para reducir el desgaste en las superficies que están en contacto directo con el terreno. Por último, en la energía solar, se emplean estos recubrimientos para mejorar la eficiencia de los paneles solares, protegiéndolos contra la corrosión y los efectos de los cambios climáticos.

En general, los recubrimientos protectores en forma de nanocompuestos (material híbrido) de un elemento metálico (Ta, Nb, Ti, Ag, Cr, etc.) inmersos en una

matriz de carbono amorfo, que puede ser del tipo diamante. Este tipo de recubrimiento se destaca por su alta resistencia, dureza al desgaste y su bajo coeficiente de fricción, lo que lo convierte en una solución ideal para aplicaciones en las que el contacto constante entre superficies genera fricción y desgaste (Calderón, 2018).

Sin embargo, uno de los desafíos actuales en la implementación de estos recubrimientos es la falta de comprensión detallada sobre cómo los parámetros del proceso de deposición, específicamente en el caso de la técnica de Magnetron Sputtering, afectan las propiedades finales de las películas delgadas. En efecto, variables como la presión, potencia, periodo y la composición de los gases utilizados en el proceso tienen un impacto directo en la calidad del recubrimiento, así como en su capacidad para mejorar la resistencia al desgaste y reducir la fricción.

Por lo tanto, es necesario realizar un análisis exhaustivo de los parámetros del proceso de Magnetron Sputtering con el fin de comprender su influencia en las propiedades de los recubrimientos de películas delgadas. Esta problemática se relaciona con la mejora de la resistencia de los materiales en diversos sectores y con el aporte al conocimiento en el campo de la Física e Ingeniería de Superficies, orientado a enfrentar los desafíos del desgaste y la corrosión en la mecánica y otros sectores.

## **1.2. Formulación del problema**

### **1.2.1. Problema general**

¿Será posible sintetizar películas delgadas de tántalo por la técnica de Magnetron Sputtering?

En caso afirmativo:

¿Será posible caracterizar mecánicamente las películas delgadas de tántalo depositadas mediante la técnica de Magnetron Sputtering?

### **1.2.2. Problemas específicos**

- a) ¿Cómo se determina el estrés como función del espesor de una película delgada de tantalio?
- b) ¿Cuál es la dureza de indentación como función del desplazamiento normal de la película delgada de tantalio?

### **1.3. Justificación de la investigación**

Los avances de la Física e Ingeniería Nanotecnológica impulsan al desarrollo de la ciencia y tecnología, es así como estas disciplinas han llevado a la creación de nuevas formas de producir materiales a escala nanométrica y micrométrica. Debido a esto son clave para mejorar nuestra calidad de vida y hacer un uso más eficiente de los recursos naturales de nuestro planeta. Por ende, dentro de este contexto, la Física e Ingeniería de Superficies juega un papel muy importante, ya que se enfoca en modificar las propiedades superficiales de los materiales para mejorar su rendimiento en su aplicación, lo que es fundamental en sectores de la industria automotriz, aeroespacial, biomédica, energética, etc. Con este objetivo, por ejemplo, se realizan la síntesis de finas capas de ciertos materiales en forma de películas delgadas. En particular, la técnica de Magnetron Sputtering, se utiliza para depositar estas finas capas de material sobre diferentes superficies o sustratos. En efecto, esta técnica implica usar un gas ionizado para extraer átomos de un material específico y depositarlos en un sustrato. El resultado son películas delgadas de alta calidad, con propiedades mejoradas como la dureza, la resistencia, la corrosión y la conductividad eléctrica. Estas películas encuentran aplicaciones en una gran variedad de áreas, desde recubrimientos ópticos y dispositivos electrónicos/espintrónicos, hasta sensores y sistemas de almacenamiento de energía de mayor durabilidad en navegación (Borowski & Myśliwiec, 2025).

Las películas delgadas son capas de materiales con espesores que van desde algunos cuantos nanómetros hasta algunos cientos de micrómetros, las cuales son creadas por condensación una a una de materia, como átomos o moléculas. La fabricación de películas delgadas es ampliamente conocida como una tecnología tradicional ya establecida, debido a que ha estado presente en nuestras vidas desde hace mucho tiempo en el desarrollo de aplicaciones tales como dispositivos electrónicos, recubrimientos ópticos, celdas solares, fotodetectores y dispositivos CMOS (*Semiconductor complementario de óxido metálico*). En la actualidad existen diversas técnicas para el crecimiento o deposición de películas delgadas; éstas se clasifican en dos grandes grupos: métodos físicos y métodos químicos. Entre los métodos físicos destacan las siguientes técnicas: pulverización catódica (sputtering), epitaxia por haces moleculares (MBE) y deposición por láser pulsado (PLD) (Castillo, 2018).

En el Perú existe una demanda creciente por el desarrollo de la tecnología de sputtering, debido a su amplio campo de aplicación para la comercialización industrial en las que se han estado enfocando principalmente en la producción de TiN, TiO y NbN con técnicas de Sputtering. Sin embargo, aún hace falta una investigación profunda de la producción de estos materiales depositados con un sistema de magnetron sputtering. El más importante elemento dentro de un sistema de magnetron sputtering es el denominado “magnetron” que es el lugar donde será colocado el elemento a ser pulverizado y depositado sobre un sustrato (Calderón, 2018).

El principio básico de la pulverización catódica está dado en la formación de un plasma de un gas noble (generalmente Argón) fijado hacia el cátodo donde está ubicado el blanco a depositar. La evaporación toma lugar en condiciones de  $10^{-4}$  mbar a  $10^{-2}$  mbar de vacío. El bombardeo de partículas se produce a consecuencia del proceso de “descarga luminosa” donde el gas inerte de (Ar) es ionizado por una

descarga eléctrica para formar el plasma de argón. En tanto el sustrato es cargado positivamente, donde las condiciones y consideraciones físicas necesarias para la formación del plasma, así como el proceso de estabilización de la técnica de Sputtering, están descritos en varios libros, principalmente en “Sputter Deposition” (Westwood, 2003).

El sistema de sputtering DC se lleva a cabo dentro de una cámara de vacío, donde el sustrato se coloca a un potencial positivo (ánodo), mientras que el blanco (target) se encuentra conectado al potencial negativo (cátodo). El proceso se inicia con la evaporación del aire en la cámara de vacío, inicializando con una bomba mecánica hasta llegar a una presión considerable de  $10^{-2}$  mbar, seguidamente se pone en funcionamiento la bomba turbo-molecular (bomba de alto vacío rotatoria) que logra llegar a una presión de  $10^{-6}$  mbar. Un gas inerte, típicamente el argón (Ar), es introducido e ionizado, formando un plasma de  $\text{Ar}^+$ . Bajo la aplicación de un campo eléctrico, estos iones de argón son acelerados hacia el blanco causando el fenómeno de sputtering. Asimismo, los átomos son transmitidos a través del plasma y son condensados en el sustrato, así promueve el crecimiento de la película (Almtoft, 2006; Olaya, 2005).

En varios procesos de recubrimientos, el bombardeo de partículas energéticas concurrentemente sin inversión y sin control puede ser utilizado deliberadamente para modificar las propiedades de la película, teniendo el control de bombardeo con lo que se aplica al sustrato un voltaje de -50 a -300 V, con la polarización negativa del sustrato, conocida como Bias Sputtering, dado que los iones positivos del argón colisionan produciendo re-sputtering (re-erosión de la película depositada). También el Bias Sputtering ha sido efectivo para modificar el rango de propiedades de la película, mejorando así la adherencia (Ohring, 2002).



## **1.4. Objetivos de la investigación**

### **1.4.1. Objetivo general**

Sintetizar películas delgadas de tántalo por la técnica de Magnetron Sputtering y caracterizar sus propiedades mecánicas relevantes.

### **1.4.2. Objetivos específicos**

- a) Hacer un estudio experimental del estrés como función del espesor de películas delgadas de tántalo.
- b) Hacer un estudio experimental de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal mediante la técnica de Nanoindentación en películas delgadas de tántalo.

## **CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO**

### **2.1. Bases teóricas**

#### **2.1.1. Películas delgadas**

Una película delgada es una capa superfina de material que se coloca sobre una superficie, casi como una segunda piel, con el objetivo de darle nuevas propiedades o mejorar las que ya tiene. Estas capas pueden ser increíblemente delgadas, incluso más finas que un cabello humano, y son clave en muchas tecnologías que usamos todos los días. Por ejemplo, una película delgada en una pantalla de celular puede hacer que los colores se vean mejor o que la pantalla sea más resistente. También en los paneles solares, estas películas ayudan a captar más luz para generar energía. Se aplican en capas tan pequeñas que cambian el comportamiento del material de manera que no ocurrirían en tamaños mayores (Ohring, 2002).

Asimismo, en los últimos años, la tecnología de elaboración de recubrimientos y películas delgadas ha alcanzado un notable desarrollo debido a las múltiples aplicaciones que se les pueden dar a este tipo de procesos. Todo esto se ha logrado gracias a las nuevas tecnologías de vacío que se emplean en las técnicas de deposición, análisis de superficies y caracterización eléctrica, mecánica y óptica. La importancia de la obtención de películas delgadas puede deducirse de dispositivos tales como las computadoras o dispositivos microelectrónicos en estado sólido, basados todos ellos en materiales cuya estructura se conforma por deposición en películas delgadas. Un excelente ejemplo es la fabricación de películas delgadas en estado sólido de una gran variedad de materiales obtenidos mediante un proceso de deposición tanto en fase gaseosa como en fase sólida, o líquida (Meza, 2017).

La inmensa mayoría de los dispositivos tecnológicos fabricados en la

actualidad por cualquier rama de la industria electrónica, mecánica, óptica, energética, de transporte, etc., requieren en algún momento de su construcción de la síntesis y el apilamiento sucesivo de pequeñas capas de materiales sólidos de espesores inferiores a un micrómetro ( $10^{-6}$  m), a las cuales se les denomina películas delgadas que son capas superfina, las películas delgadas por su extrema fineza y fragilidad no se suelen emplear aisladas, sino que se hallan soportadas sobre otros sólidos de mayor grosor y de distintas propiedades físicas y/o químicas, a los que se llaman sustratos. Por tanto, las películas delgadas se aplican para dos finalidades: la primera en optimizar alguna o varias propiedades de los sustratos a los que recubren o dotarlos de nuevas propiedades y como segunda aplicación en la fabricación de dispositivos con propiedades fisicoquímicas específicas y singulares (Angarita, 2017).

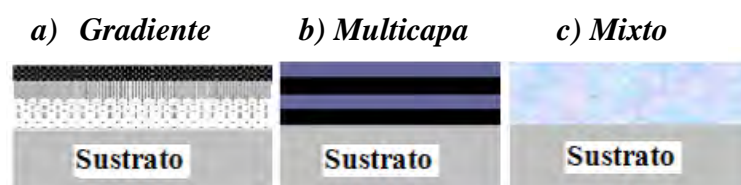
#### **2.1.1.1. Recubrimientos duros**

Los recubrimientos duros son aquellos materiales que se sobreponen a otro con el propósito de mejorar las propiedades mecánicas, eléctricas, ópticas, tribológicas (fricción y desgaste superficial) y magnéticas, conocidas generalmente como películas delgadas con las que se recubren las superficies de muchas piezas de uso técnico con la finalidad de proporcionarles mayor dureza y resistencia al desgaste. También los recubrimientos pueden aportar otras propiedades de gran importancia para aplicaciones específicas, como pueden ser: disminuir el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia a la corrosión, introducir propiedades ópticas especiales en la superficie o también producir colores y texturas con finalidad decorativa. Por tanto, la ingeniería de superficies ha permitido el desarrollo de procesos avanzados de recubrimientos en forma de películas delgadas, los cuales poseen varias características mostradas en la Figura 2.1 (Gómez, 2005).



**Figura 2.1:** Diagrama de las propiedades de los recubrimientos duros (Fuente propia).

Las propiedades de las capas de recubrimientos de las películas delgadas están estructuradas como se muestra en la Figura 2.2, que demuestra la arquitectura, donde el sistema de multicapas depositadas sobre el sustrato puede ser del tipo gradiente, multicapas y mixtas. Las capas gradiente varían según su composición química entre la interfaz sustrato/recubrimiento y la superficie (Figura 2.2a); las multicapas se forman por el apilamiento de capas alternadas de dos o más capas de distintos materiales, aumentando la tenacidad y disminuyendo la propagación de grietas superficiales (Figura 2.2b); por último, las capas mixtas son formadas por solución solida (*tipo TiAlN, TaAlN*) entre dos materiales, es también considerado como una fase única cristalina, donde los átomos de ambos materiales están disueltos a nivel atómico dentro de la misma red y son usadas para mejorar propiedades mecánicas (Figura 2.2c) (Ruden, 2011).



**Figura 2.2:** Arquitectura de los recubrimientos (Ruden, 2011).

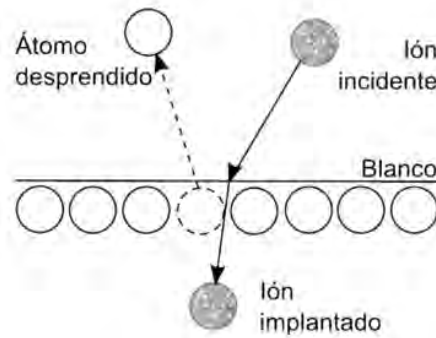
En la actualidad, los revestimientos más contemporáneos y modernos son

denominados revestimientos de capas finas o capas super delgadas, existen de uno y más materiales, desde algunos nanómetros hasta algunas micras, y de alta calidad como en su composición y su microestructura. Perteneciente a la ingeniería de superficies que involucra tecnologías avanzadas, como la física del plasma, tecnologías de control de procesos, electrónica, tecnología de vacío, alta corriente y voltaje, magnetismo y entre otros.

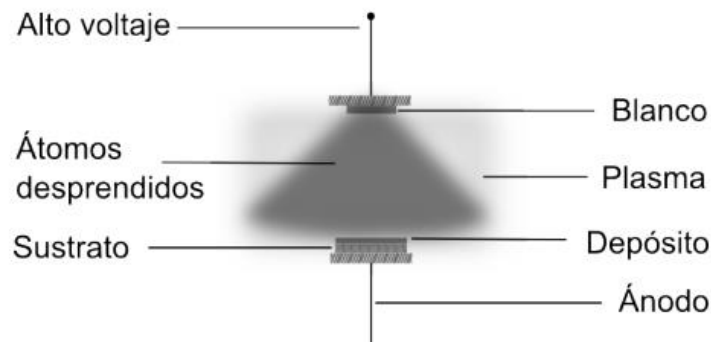
### **2.1.2. Sputtering (Pulverización catódica)**

El fenómeno de sputtering, conocido en español como “pulverización catódica” o también como “bombardeo iónico” dependiendo de su aplicación, es muy utilizado en varias áreas, como el depósito de películas delgadas para recubrimiento de superficies o para la fabricación de dispositivos semiconductores.

Esta técnica consiste en bombardear una superficie sólida denominada “blanco” con partículas muy energéticas (10-1000 eV). El material del que está compuesto el blanco es aquel que se desea depositar, mientras que las partículas con las que se bombardea el blanco, que normalmente son iones acelerados, deben tener la suficiente energía para remover los átomos de la superficie al impactar contra ellos. Después del impacto, los átomos removidos son esparcidos en la dirección contraria a aquella en la que inciden las partículas energéticas y se depositan en la superficie que se desee recubrir, como se muestra en la Figuras 2.3 y 2.4. De esta manera se pueden fabricar películas delgadas (Tenopala, 2014).



**Figura 2.3:** Diagrama del fenómeno de sputtering: Los iones incidentes se impactan contra los átomos del blanco y pueden implantarse. Los átomos impactados son desprendidos si el ion les transfiere suficiente energía cinética (2-10 eV) (Tenopala, 2014).



**Figura 2.4:** Diagrama de la técnica de depósito de películas delgadas por sputtering: Los depósitos se realizan en una cámara de vacío con atmósfera controlada. En la imagen se muestra la nube de plasma que inunda la región que rodea al blanco y el cono de átomos desprendidos que se depositan en el sustrato (Tenopala, 2014).

Adicionalmente, los procesos de la técnica de sputtering tienen la ventaja de ser más limpios, controlables, versátiles y no requieren temperaturas altas (25-300 °C) en comparación con otras técnicas, utilizadas en infinidad de áreas como depósito de películas delgadas para recubrimientos en metales y aleaciones o creación de dispositivos semiconductores.

#### 2.1.2.1. Principios básicos de sputtering

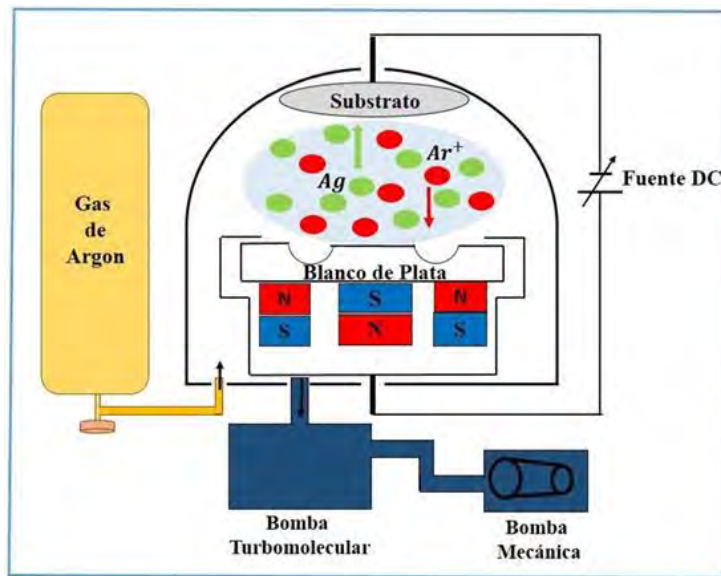
Los principios básicos de la pulverización catódica (sputtering), se entienden como un proceso mediante el cual los electrones de un objetivo sólido son expulsados

en forma de gas enrarecido como el argón (Ar). Respecto a este acontecimiento el momento lineal de un electrón es acelerado por un campo eléctrico externo, dando lugar así a la ionización del argón y produciendo un electrón adicional que es dirigido o atraído a la superficie del objetivo (Calderón, 2018).



Por tanto, dos electrones son acelerados nuevamente por el campo eléctrico, produciendo así otros cuatro y así sucesivamente, hasta la formación de una nube de electrones e iones de argón (Ar). La presión no puede ser ni muy baja para generar suficiente carga eléctrica, ni demasiada alta para obstruir la aceleración de los electrones. La evaporación tiene lugar en condiciones de  $10^{-4}$  mbar a  $10^{-2}$  mbar. A continuación, los iones impactarán la superficie del target (blanco), que se encuentra a un potencial negativo (Calderón, 2018).

El bombardeo de partículas se produce como consecuencia del proceso de “descarga luminosa” entre los iones del gas inerte de argón (Ar) y del target. Para incrementar el número de colisiones, el target se coloca sobre un arreglo de imanes con un perfil específico de líneas de campo magnético, cuyo objetivo es confinar los electrones y aumentar su trayectoria efectiva, favoreciendo así la ionización de un mayor número de átomos de argón (Ar) para formar el plasma, ver Figura 2.5. Por tanto, la gran cantidad de impactos de los iones de (Ar) contra el target hace aumentar la temperatura, lo cual se necesita un sistema de refrigeración para la estabilización del sistema sputtering. En particular, este proceso de sputtering está descrito en varios libros, principalmente en “Sputter Deposition” por William D. Westwood (Westwood, 2003).



**Figura 2.5:** Esquema simplificado de un sistema de Magnetron Sputtering (Calderón, 2018).

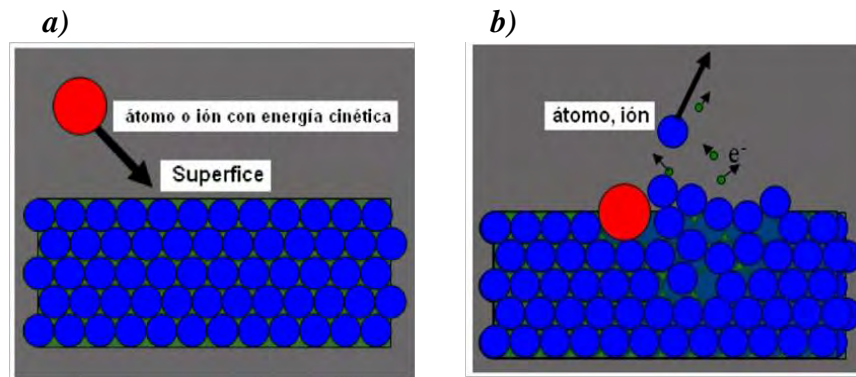
#### 2.1.2.2. Proceso sputtering

El proceso sputtering o (espurreo) es un fenómeno de transferencia de momentum y energía mediante el bombardeo con iones o átomos neutros energéticos sobre la superficie de un blanco (Figura 2.6a), como resultado se produce la fase de vapor por el arranque mecánico de los átomos o moléculas del material que constituye el blanco (Figura 2.6b); los átomos e iones siguen su trayectoria dentro de una cámara de vacío para compactarse sobre el sustrato. Las características más importantes de este proceso se manifiestan cuando la mayoría de los átomos del blanco que son arrancados son neutros y la energía de los diferentes iones arrancados tiene una distribución Maxwelliana (Olaya, 2005).

Es decir, la técnica de deposición mediante sputtering en alto vacío, también llamada pulverización catódica, como se muestra en la Figura 2.6, se basa en el bombardeo iónico, que consiste en la deposición en fase de vapor sobre el sustrato del material a bombardear, por lo que los iones formados en plasma son directamente



acelerados hacia el mismo sustrato mediante un campo eléctrico, generalmente se usa el argón (Ar) para estas deposiciones. Por tanto, este proceso se realiza con un alto voltaje entre el cátodo y el ánodo, provocando que los iones golpeen al blanco (target) con la energía suficiente para desprender los átomos de la superficie del cátodo, mediante un proceso de transferencia de momentum y energía.



**Figura 2.6:** Esquema del proceso de intercambio de momentum y energía para generar espurreo a) antes del impacto b) después del impacto (Amaya, 2007).

La Eficiencia Sputtering ( $S$ ), es definida como la cantidad de átomos desprendidos del blanco por ion incidente, la cual va a ser directamente dependiente de los siguientes factores, involucrando a la energía y la masa de los iones incidentes, el numero atómico del target, el calor de la sublimación del blanco, la presencia de elementos aleantes (de aleación), compuestos en el blanco y el ángulo de incidencia de los iones incidentes (Olaya, 2005).

Se asume que el bombardeo de los iones es paralelo al blanco.

$$S \equiv K \frac{M_i M_t E_i}{(M_i + M_t) U} \text{ (Átomos/ion)} \quad (2)$$

donde:

$K$ : Constante

$M_i$ : Masa del ion incidente

$M_t$ : Masa del target

$E_i$ : Energía cinética del ion incidente

$U$ : Calor de sublimación del material blanco

La tasa de espurreo ( $R$ ), o erosión del blanco por la unidad de tiempo, está cuantificada de la siguiente manera:

$$R \equiv 6.63 \frac{JSM_A}{\rho} \text{ (nm/min)} \quad (3)$$

donde:

$J$ : Densidad de corriente de iones ( $mA/cm^2$ )

$S$ : Eficiencia de espurreo en átomos por ion

$M_A$ : Masa atómica en gramos

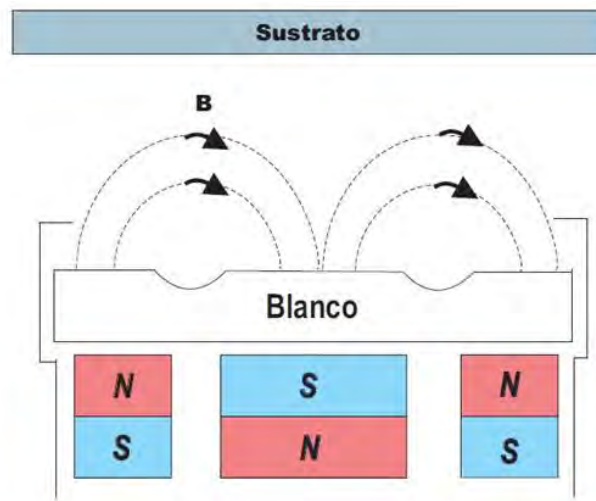
$\rho$ : Densidad en ( $g/cm^3$ )

Por lo que  $R$  tiene una gran importancia, debido a que la tasa de depósito es directamente proporcional. Con la importancia que tuvo el descubrimiento del espurreo, permitiendo así el desarrollo de diversas técnicas para el depósito de películas delgadas de diferentes composiciones (Amaya, 2007).

### **2.1.2.3. Pulverización catódica asistida por campo magnético**

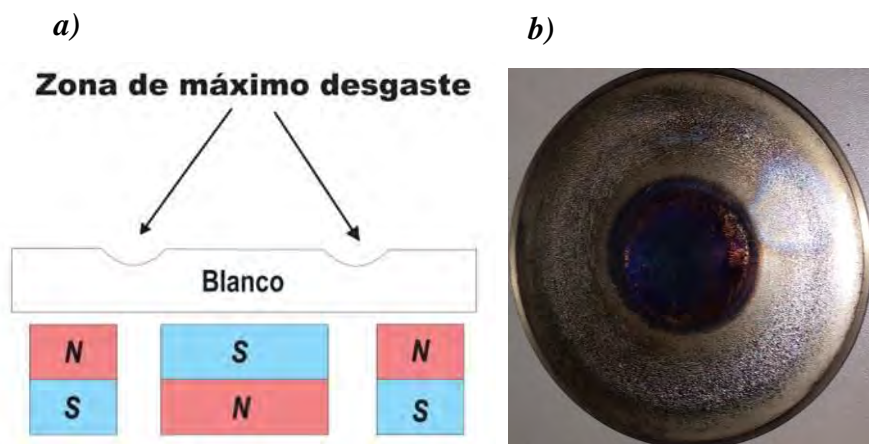
Para incrementar el ritmo de deposición siempre es necesario aumentar también la proporción de ionización del gas de proceso, la cual se obtiene mediante la aplicación de campos magnéticos perpendiculares al campo eléctrico donde se genera la descarga, es decir, colocando debajo del blanco imanes, ver Figura 2.7. De esta forma, los electrones secundarios generados por el bombardeo quedan confinados en una región cercana a la superficie del cátodo y son forzados a recorrer trayectorias helicoidales, paralelas a la superficie del cátodo, consiguiendo ionizar a su paso la mayor proporción de átomos del gas de proceso (colisión entre átomos del gas y electrones), con el

consiguiente aumento de la corriente iónica y el resultado de un mayor ritmo de crecimiento (Ampuero, 2016).



**Figura 2.7:** Esquema del funcionamiento del Magnetrón Sputtering asistida por campo magnético (Ampuero, 2016).

Una de las desventajas del sputtering asistido por el campo magnético es la erosión no uniforme del target, lo que ocasiona un desaprovechamiento del material. Esto se debe a que el sputtering es más intenso en las regiones donde las líneas de campo magnético son paralelas a la superficie del cátodo (Figura 2.8a). Sin embargo, esta configuración permite realizar la deposición a presiones considerablemente muy inferiores a  $10^{-3}$  mbar en una atmosfera de argón (Ar).



**Figura 2.8:** a) Esquema de la zona de desgaste en el target (Ampuero, 2016); b)

*Desgaste de un blanco de titanio. (Foto Laboratorio de Sputtering, Facultad de Ciencias, UNI).*

#### **2.1.2.4. Sputtering reactivo**

El sputtering reactivo es el bombardeo catódico de un blanco elemental en presencia de un gas que reaccionará con el material del blanco para formar un compuesto; es decir, todo sputtering es reactivo porque siempre esta de más la presencia de gases residuales en la cámara de vacío que pueden reaccionar con las especies pulverizadas; sin embargo, la práctica del sputtering reactivo ocurre cuando se inyecta un gas reactivo (argón) deliberadamente a la cámara de vacío para que reaccione con el material pulverizado. Este proceso, se utiliza en varias aplicaciones técnicas donde se fabrican principalmente óxidos, nitruros o carburos. Se ha observado en muchos experimentos que el proceso de sputtering reactivo presenta un comportamiento no lineal (Sproul et al., 2005; Berg et al., 1989).

Los compuestos más comunes obtenidos mediante la pulverización y los gases reactivos son los óxidos, nitruros, carburos, sulfuros, oxcarburos y oxinitruros de Ti, Ta, Al y Si. Independientemente de los materiales mencionados que se consideren durante la pulverización catódica reactiva, la película resultante será usualmente una aleación en solución sólida del metal blanco dopado con el elemento reactivo (TaN) un compuesto (TiN) o una mezcla de ambos. Es así como los recubrimientos por pulverización catódica de compuestos como óxidos o nitruros también se pueden producir por reacciones químicas entre los átomos de pulverización catódica del blanco y un gas reactivo, generalmente se usa argón (Ar). Por tanto, la pulverización catódica reactiva DC es actualmente indispensable en la industria para la deposición a alta velocidad de óxidos metálicos, este proceso de pulverización se utiliza ampliamente en la práctica de recubrimientos ópticos entre otras aplicaciones (Ohring, 2002).

Existen tres métodos para la técnica de sputtering reactivo:

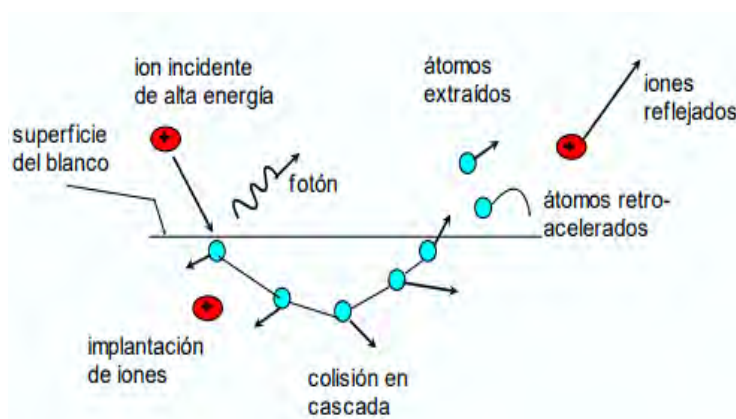
- 1) **Deposición reactiva con un metal:** Se emplea un gas reactivo que tiende a reaccionar fácilmente con el metal empleado como el blanco.
- 2) **Deposición directa:** Se utiliza el blanco que contiene la aleación, nitruro u oxido como material para la deposición.
- 3) **Co-sputtering:** Es una técnica donde se manejan blancos con composiciones diferentes, depositándolos al mismo tiempo con la finalidad de obtener aleaciones o compuestos de estos elementos.

Cuando el gas del proceso no reacciona químicamente con el material a depositar dentro de la cámara de vacío, se denomina a la técnica como pulverización no reactiva, donde el proceso de deposición de películas delgadas se usa iones de alta energía, del orden de cientos de electronvoltios (100-500 eV) para desprender átomos de un material y depositarlos en el sustrato (Estupiñán, 2020).

### 2.1.3. Sputtering a corriente directa (DC)

El sistema de Sputtering DC ilustrado en la Figura 2.5 está relacionado con el esquema de interacción de los iones con la superficie del blanco (fuente del material a depositar) visualizado en la Figura 2.9 que está localizado dentro de la cámara de vacío, donde el blanco es conectado a un terminal de suministro DC negativo o al cátodo respecto a la cámara conectada a tierra, mientras que la cara del sustrato (objeto a revestir) puede estar flotando eléctricamente o conectada directamente a un potencial positivo respecto al objetivo. El proceso se inicia cuando un gas inerte como el Ar es introducido en la cámara e ionizado, formando un plasma  $\text{Ar}^+$ . Aplicando un campo eléctrico, se aceleran los iones de  $\text{Ar}^+$  hacia el blanco, causando significativamente el sputtering, donde los átomos son dirigidos a través del plasma generado y condensados

en el sustrato para el crecimiento de las películas delgadas (Almtoft, 2006).

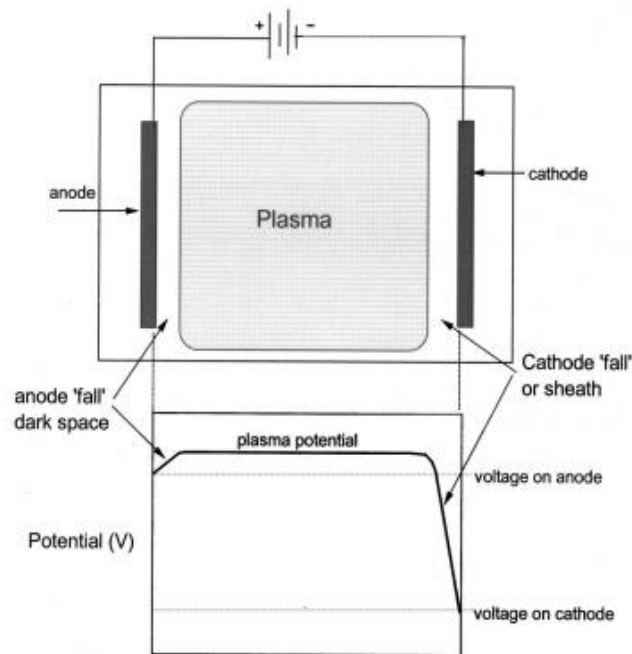


**Figura 2.9:** Esquema de interacción del haz de iones incidentes con la superficie del blanco (Talledo, 2013).

La diferencia de potencial DC entre los electrodos, donde existen cargas pequeñas, se traslada en el gas generando corrientes de baja intensidad. Debido a las colisiones inelásticas en el gas, se crean más pares de electrones e iones, lo que incrementa la densidad de corriente. Como consecuencia, los iones de  $\text{Ar}^+$  bombardean la superficie del cátodo, generando electrones secundarios que, al ser acelerados hacia el exterior del cátodo, aumentan la ionización del gas mediante nuevas colisiones inelásticas, provocando que la corriente ascienda significativamente. Pero cuando la diferencia de potencial es alta respecto al número de iones  $\text{Ar}^+$  producidos por choques de electrones secundarios son suficientemente grandes para generar otros electrones; por tanto, la descarga se autosostiene e inicia el plasma (comienza a brillar), emitiendo luz por la excitación de átomos a niveles superiores y el decaimiento instantáneo (ver Figura 2.10) (Almtoft, 2006).

Es así como el gas inerte en el Sputtering DC no tiene participación alguna en la formación de compuestos sobre el blanco y/o el sustrato; su trabajo principal es generar el plasma y permitir la pulverización del material del cátodo. Este sistema puede ser reactivo siempre que se le añada otro gas que participe en la formación de

un compuesto, como el nitrógeno o el acetileno, que reacciona inmediatamente con los átomos pulverizados del blanco o sustrato, que tiende a descomponerse formando un nitruro que se deposita en forma de película delgada (Amaya, 2007).



**Figura 2.10:** Esquema simple de un plasma de diodo que muestra el cátodo, ánodo y el potencial relativo como función de la posición a lo largo de la línea central de la cámara de plasma (Rossnagel, 2003).

Para entender las características del plasma, es necesario conocer el flujo de bombardeo de partículas que golpean la película en crecimiento, ya que esto permite mantener el control y la estructura de la película depositada. Una de las características del plasma es la presencia de un exceso de iones  $\text{Ar}^+$  en el espacio cercano del cátodo, provocado por la atracción de iones y repulsión de electrones. En realidad, cualquier superficie aislada dentro del plasma inicialmente se carga negativamente, porque el flujo de electrones será mayor que el flujo de iones  $\text{Ar}^+$ . Esto es consecuencia de la diferencia de masas y movilidad entre electrones e iones. La superficie continúa cargándose negativamente hasta que el flujo de electrones es igual al flujo de iones. Cuando los flujos son iguales, existe un espacio de carga neta positiva en las

proximidades de la superficie, y esta se encontrará a un potencial ligeramente inferior al del plasma. Esto se conoce como el potencial plasma,  $V_p \sim 20 \text{ V}$ . Entre las superficies, en el plasma “*bulk*”, el plasma tiene casi cero de carga neta. El exceso de iones positivos adyacentes a una superficie aumenta considerablemente cuando se aplica un gran potencial negativo externo, como en el caso del cátodo. Al resolver la ecuación de Poisson,  $\nabla^2 V = -\rho/\epsilon_0$  donde  $V$  es el potencial eléctrico,  $\rho$  es la distribución de carga, y  $\epsilon_0$  es la permitividad eléctrica del vacío, para la distribución de carga cualitativamente descrita anteriormente, se obtiene la distribución de voltaje a través de la descarga luminosa en corriente continua DC (ver Figura 2.10). Los campos eléctricos ( $\vec{E} = -\nabla V$ ) están restringidos a las áreas cercanas a los electrodos, las llamadas regiones sheath. Casi toda la diferencia de potencial  $V_0$  esta entre los electrodos que se encuentra confinada en el sheath del cátodo, que típicamente tiene un espesor del orden de unos pocos milímetros. Los iones  $\text{Ar}^+$  son acelerados mediante esta capa (sheath), ganando una energía cinética máxima de  $e(V_0 + V_p)$ , que generan electrones secundarios y la pulverización de átomos del objetivo al impactar con el blanco (cátodo) (Almtoft, 2006).

#### **2.1.3.1. Bias sputtering**

Bias Sputtering (pulverización con polarización) es una de las variantes más versátiles y útiles de la técnica básica de deposición de películas delgadas por pulverización iónica. Anteriormente se ha utilizado junto con el sistema asimétrico de dos electrodos en corriente alterna (AC); después se ha encontrado otra aplicación considerable con la nueva técnica de pulverización con tres electrodos. En ambos casos, sin embargo, los efectos de aplicar un pequeño voltaje negativo al sustrato durante la deposición son notablemente evidentes, especialmente cuando se trata de



aplicaciones de superconductividad. La utilidad de la pulverización con polarización se aprecia fácilmente si se considera lo que realmente ocurre en la superficie del sustrato durante el bombardeo iónico. No solo tienen lugar cambios en la composición química y fenómenos de liberación de gases, sino también cambios dimensionales y efectos de redistribución del material, los cuales pueden ser sumamente beneficiosos si se aprovechan adecuadamente (Seeman, 1966).

Esta técnica es utilizada ampliamente para mejorar la calidad de las películas delgadas depositadas por sputtering. Normalmente se emplea un voltaje de polarización negativo de entre 50 V a 100 V. Se han usado voltajes de polarización más altos para lograr la planarización (nivelación de la superficie) de sustratos con patrones durante la metalización por sputtering. A valores aún más altos de polarización del sustrato, la tasa de resputtering llega a ser comparable con la tasa de deposición. En este modo de operación, todo el material depositado puede ser resputreado (re-erosionado). Sin embargo, en estado estacionario, se acumulará cierta concentración del material depositado en la superficie del sustrato. De este modo, se establece un perfil de concentración en profundidad entre la película y el volumen que permite que la tasa de resputtering se equilibre exactamente con la tasa de deposición. Esto definirá un valor de rendimiento parcial de sputtering del material de la película resputreada, el cual se ha encontrado, tanto teórica como experimentalmente, que depende fuertemente del material del sustrato (Nender et al., 1993).

Generalmente se aplican campos eléctricos negativos de corriente continua (DC) o de radiofrecuencia (RF) para polarizar el sustrato, con el fin de variar el flujo y la energía de las especies cargadas que se depositan. Por tanto, el bombardeo de partículas energéticas concurrentemente inadvertidas y descontroladas pueden ser utilizados para modificar las propiedades de las películas delgadas. Con voltajes en el

blanco de -1000 V a -3000 V, también se suelen usar voltajes de polarización de -50 V a -300 V. Debido a los procesos de intercambio de carga en la región oscura del ánodo, donde muy pocos iones de la descarga alcanzan el sustrato con el voltaje de polarización completo (Ohring, 2002).

El proceso de Bias sputtering se desarrolla con un equipo como el que se muestra en la Figura 2.11:



**Figura 2.11:** Sistema Bias del laboratorio de Sputtering de la UNI.

### 2.1.3.2. Plasma en sputtering

El plasma es también conocido como el cuarto estado de la materia, que puede definirse como un gas de partículas cargadas de iones y electrones libres que son capaces de moverse independientemente. Desde un punto de vista eléctrico, al plasma se le considera como un sistema cuasineutro formado por grandes cantidades de partículas cargadas que muestran movimientos colectivos. El comportamiento colectivo del plasma le permite responder ante perturbaciones electrostáticas, reorganizando sus partículas para mantener el equilibrio; por tanto, el plasma es un fluido conductivo que puede atenuar perturbaciones eléctricas locales. La distancia de Debye ( $L_D$ ) es la longitud a la que el plasma puede neutralizar la perturbación eléctrica. Si tal distancia es corta, el gas se comporta como plasma.  $L_D$  depende de la densidad

de plasma y la temperatura electrónica (Olaya, 2005), como muestra la siguiente expresión:

$$L_D = \sqrt{\frac{k_B T_e}{4\pi n_e e^2}} \quad \text{ó} \quad L_D = 69 \sqrt{\frac{T_e}{n_e}} \quad (4)$$

donde:

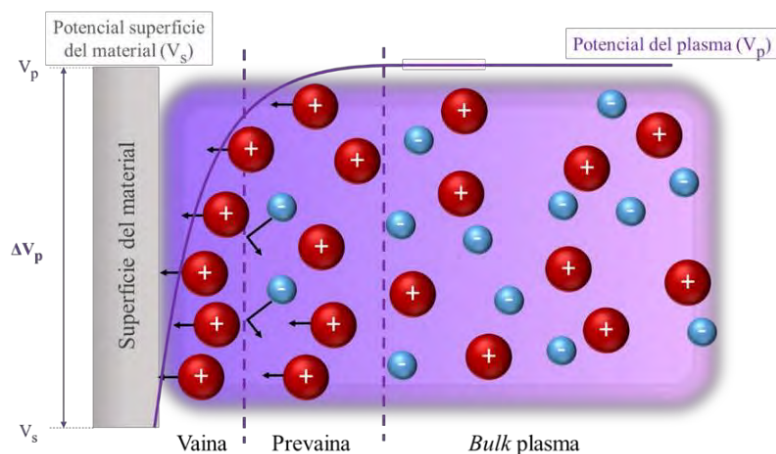
$T_e$ : Temperatura electrónica (K ó eV)

$n_e$ : Densidad de plasma ( $cm^{-3}$ )

$e$ : Carga del electrón (C)

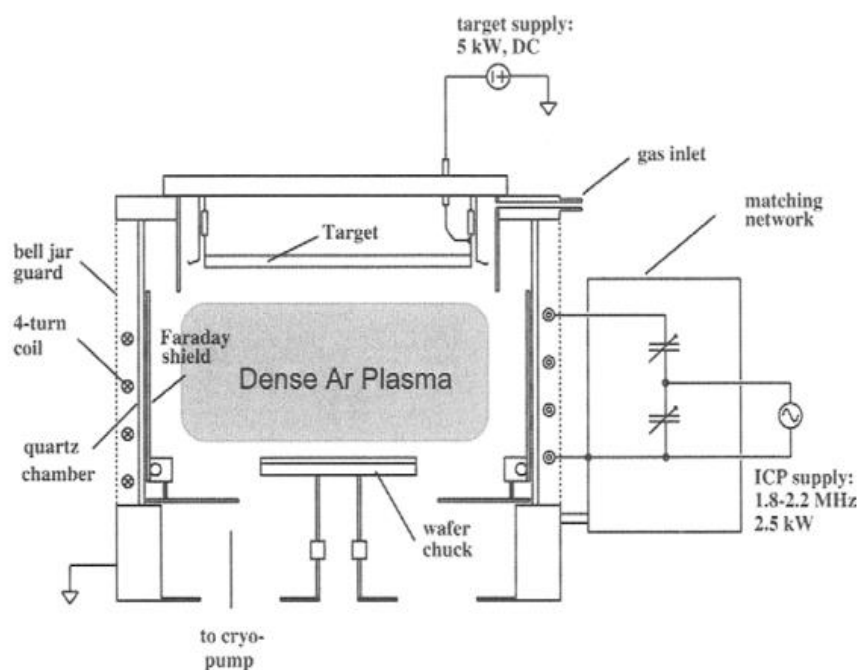
$k_B$ : Constante de Boltzmann (eV/K)

El campo eléctrico entre el cátodo y el ánodo es, en efecto, altamente no uniforme (fuertes variaciones espaciales). Una vez que se establece el plasma de descarga, la mayor parte de la caída de voltaje, normalmente de varios cientos de voltios, se concentra en una capa de carga espacial, conocida como vaina (sheath), adyacente a la superficie del objetivo o situada en las inmediaciones de una superficie en contacto, por ejemplo, en un electrodo, recinto o en una película delgada en crecimiento, se caracteriza por la ruptura de la quasineutralidad y la existencia de un campo eléctrico neto, que aparece gracias al comportamiento colectivo, ilustrada en la Figura 2.12. La vaina del plasma tiene un tamaño ligado a la llamada longitud de Debye, que puede ir desde micras hasta a los milímetros (Anders, 2011; Muñoz, 2022).



**Figura 2.12:** Vaina del plasma en contacto con la superficie del material (Muñoz, 2022).

En sputtering, el plasma se genera típicamente mediante acoplamiento inducido de radiofrecuencia (esquematisada en la Figura 2.13) y la resonancia ciclotrónica de electrones (ECR) por un magnetrón de cátodo hueco de corriente continua. El método exacto de generar plasma no es relevante para los procesos físicos, siempre que se cree una densidad electrónica de aproximadamente  $10^{12} \text{ cm}^{-3}$ . La presión dentro del reactor está en el rango de 10 - 50 mTorr, donde se utiliza un gas inerte como el argón (Ar) para la deposición de metales puros, pero también se puede añadir nitrógeno al plasma si se necesita un compuesto de nitruros metálicos, entre otros recubrimientos. Por tanto, la esencia del I-PVD (*Deposición Física de Vapor Ionizado*) consiste en generar físicamente un flujo de vapor metálico, ionizar dicho vapor utilizando un plasma de alta densidad ( $10^9$ - $10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ) y colimar el flujo iónico mediante la capa de carga del plasma (sheath). Inicialmente, este flujo de vapor está compuesto por átomos neutros y se crea mediante métodos convencionales como el sputtering. El plasma de alta densidad se genera usando un gas con un potencial de ionización mayor que el de los átomos metálicos (Hopwood, 2000).



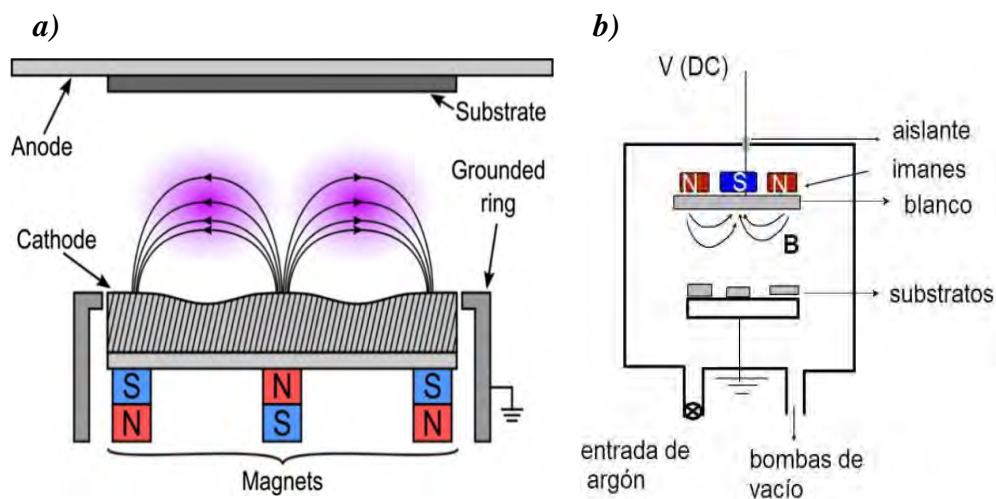
**Figura 2.13:** Corte transversal del reactor I-PVD que utiliza un plasma acoplado inductivamente (ICP) para ionizar átomos pulverizados del blanco (Hopwood, 2000).

#### 2.1.4. Magnetron sputtering

El magnetron sputtering es un método de recubrimiento asistido por plasma que utiliza campos electromagnéticos, también conocido como una técnica física de deposición en fase vapor (PVD), mejorando la eficiencia del sputtering, logrando así la deposición de capas superfinaes con buena adherencia en sustratos, cuya composición y estructura pueden ser ajustadas con precisión.

En general, magnetron sputtering es la variante ampliamente utilizada por corriente directa (DC), por lo cual presenta algunas ventajas, que permite al magnetron una corriente iónica de una o dos órdenes de magnitud mayor (mayores tasas de deposición) o alternativamente la posibilidad de operar a voltajes más bajos que el sputtering DC convencional. Otra ventaja son las presiones de operación reducidas (mayor energía en los átomos depositados), evitando las colisiones en fase gaseosa y la dispersión que ocurre a altas presiones, efectuando el desorden en la dirección del

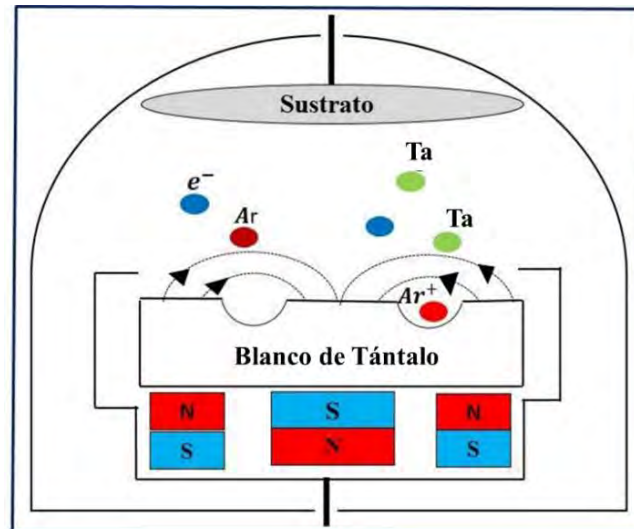
flujo de átomos y disminuyendo su tasa de deposición. Se conoce también que en el Magnetron Sputtering DC, se colocan imanes permanentes en una configuración adecuada detrás de la placa del blanco (target) como se ve en la Figura 2.14. Donde las líneas del campo magnético penetran el blanco y forman un camino cerrado sobre su superficie frontal. Por tanto, el campo magnético que asiste al magnetron tiene una parte paralela a dicha superficie, con intensidad de unos cientos de gauss. Cuando los electrones lanzados se mueven con trayectoria inclinada en espiral se observa que siguen un movimiento a lo largo del campo magnético perpendicular al blanco (Ohring, 2002; Almtoft, 2006).



**Figura 2.14:** a) Vista lateral esquemática de la descarga del magnetron planar utilizada para la pulverización catódica. Las líneas de campo magnético salen del centro del cátodo, se arquean sobre la superficie del objetivo y entran en el cátodo por el anillo (Gudmundsson, 2020). b) Configuración del magnetron con evaporación iónica DC de Sputtering (Talledo, 2013).

El magnetron sputtering se mejora mediante la aplicación de campos magnéticos que confinan electrones cerca del cátodo, siguiendo trayectorias helicoidales y aumentando la ionización del gas de argón (Ar), lo que permite trabajar a presiones menores y demostrar mayor eficiencia que el sputtering convencional. Durante el proceso de sputtering, los iones del gas impactan el blanco y expulsan

átomos, los cuales forman la película delgada sobre el sustrato, como se muestra en la Figura 2.15.



**Figura 2.15:** Las líneas del campo magnético producidos por los imanes, adaptado de (Calderón, 2018).

Históricamente, la primera fuente de deposición iónica con magnetrón planar fue inventada y patentada por John S. Chapin en 1974.



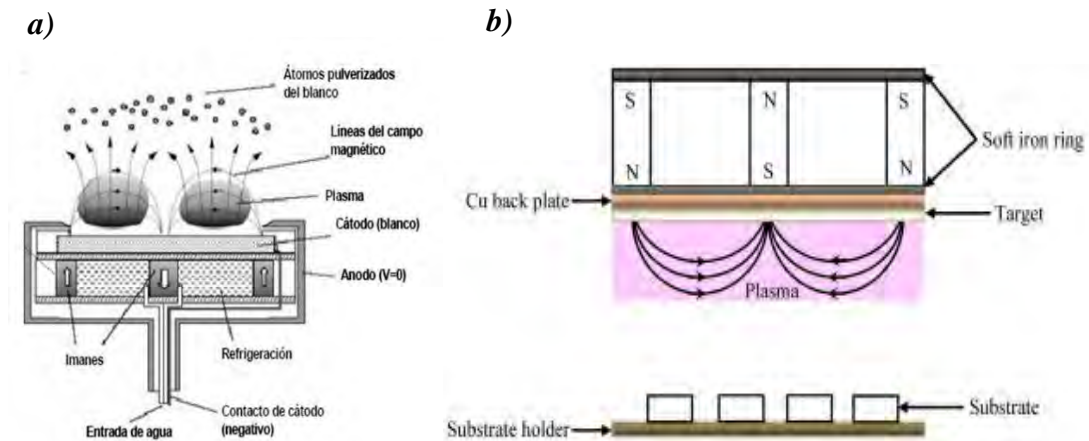
**Figura 2.16:** Magnetron del laboratorio Sputtering de la UNI.

#### 2.1.4.1. Sistema sputtering con magnetrón balanceado “BM”

Si todos los imanes tienen la misma intensidad, entonces todas las líneas de

campo de los imanes exteriores pasaran a través del imán central, por lo cual, el campo magnético resultante será tal que los electrones del plasma no podrán escapar fácilmente de la trampa magnética, por lo que el plasma quedara confinado cerca del blanco, esta disposición magnética se denomina magnetron balanceado (BM), en este sistema se busca aumentar las densidades del plasma sobre el blanco por la combinación de campos eléctricos y magnéticos. Este proceso es muy similar al sistema convencional de diodo, pero se asiste magnéticamente, posibilitando un confinamiento de los electrones secundarios que paralelamente permite aumentar el promedio de colisiones ionizantes así incrementando la velocidad de pulverización y la deposición sobre el sustrato, trabajados a disminuidas presiones, lográndose así que el proceso tenga mayor eficiencia (ver Figura 2.17). Una de las ventajas principales del BM es que se puede utilizar la mayor potencia del cátodo para generar altas densidades de corriente con bajos voltajes, aparte de ello al aplicar una polarización negativa al sustrato, se obtiene un óptimo bombardeo iónico mejorando el crecimiento de la película. El espurreo magnetron es una técnica versátil que permite el depósito de casi todos los materiales, con un funcionamiento simple y fácil de escalar en procesos industriales. Pero antes, para entender las descargas de los magnetrones, se tiene que analizar el comportamiento del electrón bajo la influencia del campo electromagnético debido a que su movimiento depende del tipo de carga que presenta la partícula (Shanker et al., 2019; Calderón, 2018; Olaya, 2005).



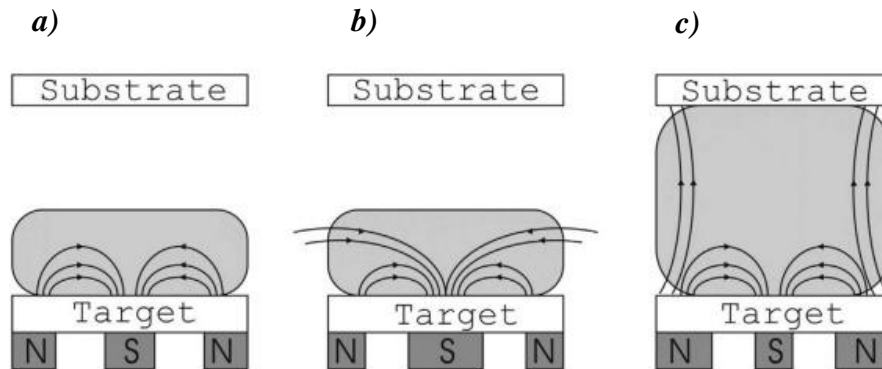


**Figura 2.17:** a) *Magnetron convencional utilizado en un sistema de espurreo (Olaya, 2005)* b) *Sistema simple del magnetron sputtering balanceado (Shanker et al., 2019).*

#### 2.1.4.2. Sistema sputtering con magnetron desbalanceado “UBM”

El sistema de sputtering con magnetron desbalanceado, consiste en que los campos magnéticos se extienden mucho más allá del blanco (target), lo que permite al plasma que se propague y contribuya al crecimiento de la película. Es decir que también permite que más electrones secundarios escapen del campo magnético en el cátodo, aumentando la densidad del plasma y la corriente iónica sobre el sustrato mejorando así la deposición de películas delgadas, pero esta técnica presenta una desventaja que, al generarse un flujo de electrones no uniforme, también se generan depósitos no uniformes. Cuando el número de líneas de fuerza en el centro del blanco es mayor, se dice que el sistema es un magnetron desbalanceado de tipo 1 y si el número de líneas de campo es mayor en el borde, se dice que el sistema es magnetron desbalanceado de tipo 2. Esta técnica también presenta una ventaja donde algunas líneas de campo pasarán cerca del sustrato lo que permitirá aumentar el número de iones en esa área y mantendrá un bombardeo iónico sin necesidad de polarización negativa del sustrato, por lo que los investigadores Window y Savvides propusieron que aumentando el campo magnético en los magnetos externos (ver Figura 2.18), algunos

electrones siguen líneas de campo hacia el sustrato permitiendo mejorar la estructura de las películas obteniendo mayor densidad y menor rugosidad en las deposiciones (Ohring, 2002; Estupiñán, 2020; Calderón, 2018).



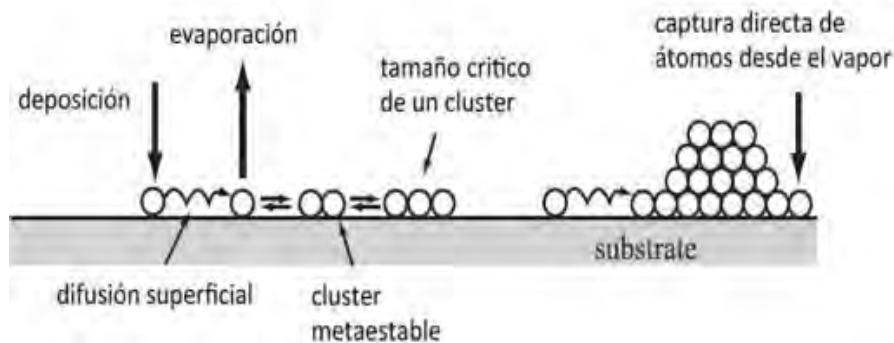
**Figura 2.18:** Tipos de configuración del magnetrón: a) Magnetron convencional o balanceado; b) Magnetron desbalanceado de tipo 1; c) Magnetron desbalanceado de tipo 2 (Goloso, 2017).

### 2.1.5. Crecimiento de película

El crecimiento de la película, es decir, el aumento del grosor del recubrimiento es consecuencia de la coalescencia total de una película policristalina. Durante este proceso, el crecimiento de la estructura puede evolucionar de diferentes maneras, lo cual depende de las condiciones de depósito real y la movilidad en el sistema. Así, la capacidad de difusión atómica se da en la superficie, límites de grano y en el interior de los granos. Los átomos que llegan a la superficie de la película pueden generar la nucleación de nuevos granos sobre los granos existentes o contribuir al crecimiento epitaxial local (crecimiento cristalino alineado localmente); es decir, la unión a un grano ya formado que sirve como una plantilla en sitios de baja energía para el crecimiento del grano, o el crecimiento ordenado de átomos siguiendo la orientación cristalina del sustrato o del grano sobre el que caen, como se ve en la Figura 2.19. Los procesos actuales de crecimiento de películas delgadas se llevan a cabo en la región

controlada por la difusión de gas, donde la respuesta a la temperatura es relativamente uniforme. Por tanto, al producir películas delgadas por la técnica de sputtering, estas se someten a cuatro fases o etapas (Asencios, 2016; Ohring, 2002).

Los cuales son presentados en los siguientes ítems:

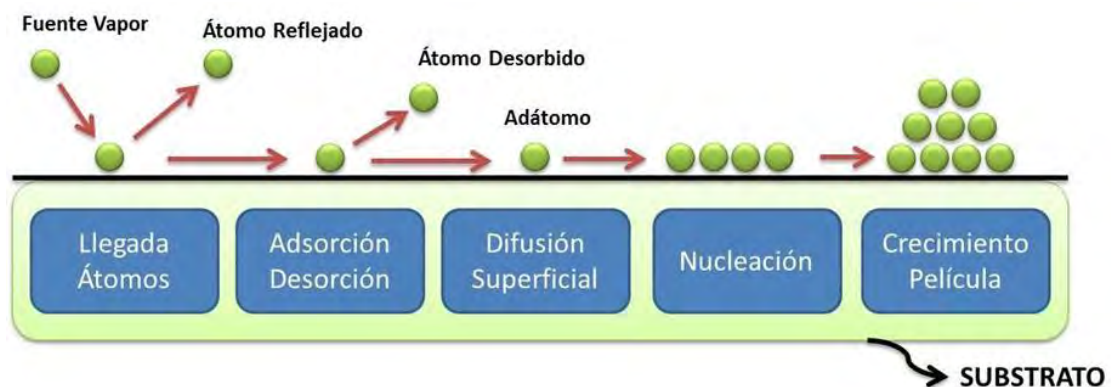


**Figura 2.19:** Esquema del proceso de nucleación y crecimiento de una película delgada (Greene, 1993).

#### 2.1.5.1. Condensación y nucleación

La condensación de los átomos de la película en la superficie del sustrato puede ser descrita en tres fases: (1) Los átomos incidentes transfieren energía cinética a la red del sustrato y se convierten en adátomos (átomos adsorbidos móviles en la superficie); (2) Los adátomos se difunden superficialmente sobre el sustrato intercambiando energía con los átomos que lo constituyen y con otras especies no adsorbidas hasta que sean desadsorbidos por evaporación, acomodándose en la red en un sitio de baja energía; (3) Los átomos incorporados se reajustan a posiciones estables en la red cristalina de la película mediante procesos de difusión en volumen. La movilidad de un átomo en la superficie también depende de tres factores principales: la energía de los átomos, las interacciones átomo – superficie (ver Figura 2.20) y la temperatura de la superficie. La movilidad en la superficie puede ser cambiada debido a las variaciones en la estructura química o cristalográfica del sustrato. La difusión en la superficie está

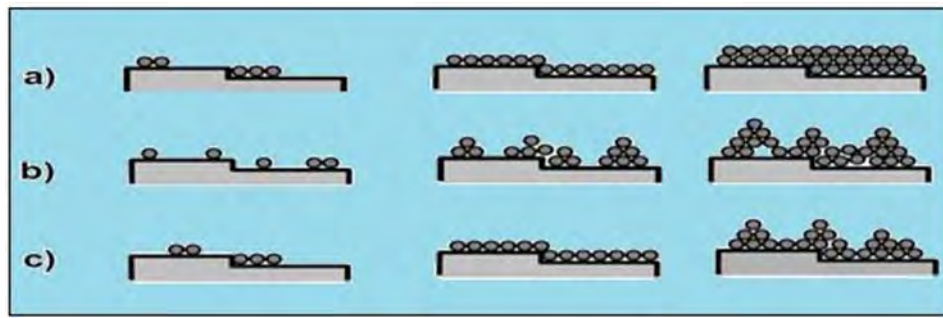
influenciada directamente por los planos cristalográficos, porque cada plano presenta una energía libre superficial diferente. La energía libre que se encuentra en los planos (100) es mayor que la energía libre en los planos (111), por lo tanto, la movilidad de un adátomo es mayor en superficies con planos (111) que en planos (100). Esto significa que la condensación de los adátomos será más rápida en planos (111) y más lenta en planos (100). Los adátomos se condensan en sitios preferenciales como defectos o impurezas, formando enlaces químicos (metálicos, iónicos, de Van der Waals). Cuando el enlace con la superficie es fuerte, ocurre la quimiosorción (adsorción química), con baja movilidad y generando una posible formación de estructura pseudomórfica. En sputtering, los átomos que llegan al sustrato se condensan, re-evaporan o liberan según la temperatura, el flujo atómico y la energía de enlace con el sustrato (Gómez, 2005; Estupiñán, 2020; Angarita, 2017).



**Figura 2.20:** Etapas iniciales del crecimiento de películas delgadas mediante la técnica de pulverización catódica PVD (Albella, 2003).

#### 2.1.5.2. Crecimiento de núcleos

Para el crecimiento de núcleos en películas delgadas, se identifican tres tipos de mecanismos que dependen de la naturaleza y la interacción entre los átomos depositados y el sustrato de la superficie, como se muestran en la Figura 2.21:



**Figura 2.21:** *Tipos de mecanismos: a) Mono capas; b) Islas; c) Combinado (Albella, 2003).*

- a) Mecanismo Van der Merwe (monocapas):** El crecimiento por monocapas ocurre cuando la energía de enlace entre los átomos pulverizados es menor o igual a la energía de enlace de los átomos pulverizados con el sustrato y las desigualdades de la red cristalina entre el sustrato y el material depositado son mínimas. Estos mecanismos son observados en sistemas de autoepitaxia (material depositado es igual al del sustrato) y sistemas de heteroepitaxia (material depositado diferente al del sustrato). En este caso, la película crece mediante un mecanismo bidimensional, ya sea por aparición de islas bidimensionales o por la formación de escalones monoatómicos (Estupiñán, 2020; Lozovoy et al., 2019).
- b) Mecanismo Volmer-Weber (islas):** Este mecanismo corresponde al crecimiento tridimensional de núcleos que ocurre cuando se forman pequeñas islas debido a que los átomos pulverizados están fijamente más ligados a otros que a la propia superficie del sustrato. A su vez, es un modo típico de sistemas que presentan alto desajuste en la red cristalina. En este caso, el crecimiento de películas en forma de islas ocurre directamente sobre el sustrato, sin la formación de una capa de humectación previa (Estupiñán, 2020; Lozovoy et al., 2019).

c) **Mecanismo Stranski-Krastanov (combinado):** Se conoce como el mecanismo de una combinación del crecimiento bidimensional o monocapas presentado por Frank Van der Merwe, seguido por la nucleación y crecimiento de islas tridimensionales de Wolmer-Weber. La nucleación Stranski-Krastanov se presenta con frecuencia en depósitos metal-metal a temperaturas menores, donde la movilidad de los átomos sobre la superficie del sustrato es débil o baja. El crecimiento mediante el mecanismo SK se ha reportado experimentalmente como el modo de crecimiento responsable de la transición hacia las islas tridimensionales en el crecimiento heteroepitaxial. Por tanto, la película a menudo crece por capas hasta llegar a un cierto grosor crítico, a partir del cual se forman las islas tridimensionales mencionadas, conociéndose tres tipos de fenómenos responsables asociados a este mecanismo (Estupiñán, 2020; Baskaran & Smereka, 2012).

Estos son:

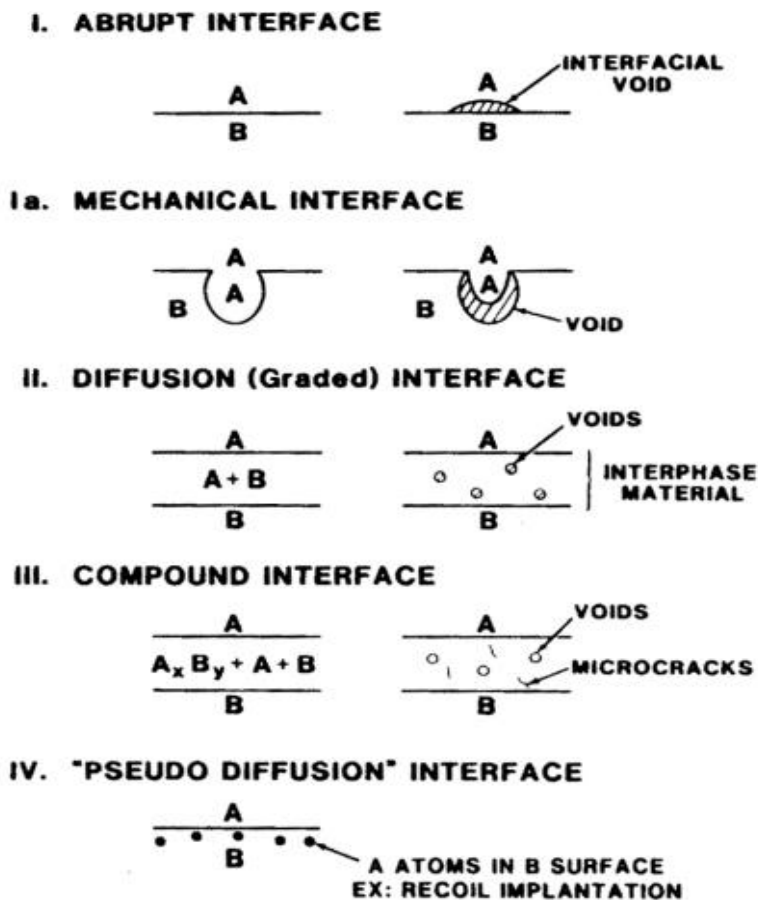
- Espesor crítico aparente (espesor mínimo para película continua).
- Potenciales de humectación (condición energética que controla la adhesión y expansión del material).
- Estabilidad entrópica (estabilidad favorecida por el desorden del sistema).

#### **2.1.5.3. Formación de la interface**

Los materiales de la película depositada pueden difundirse y redistribuirse reaccionando con el sustrato formando la región interfacial, por lo que el material presente en esta zona se denomina “material de interface” y sus propiedades son

importantes para la adhesión. Mediante los procesos de depósito y tratamientos térmicos posteriores es posible modificar la cantidad y el tipo de material de esta interface. El tipo y la cantidad de material de interface pueden cambiarse mediante los procesos de deposición o por tratamientos después de la deposición (Mattox, 1998; Estupiñán, 2020; Angarita, 2017).

Las interfaces se pueden clasificar en cuatro tipos, como muestra la Figura 2.22:



**Figura 2.22:** Tipos de regiones interfaciales (Mattox, 1998).

- **Abruptas:** Esta interface se caracteriza por su cambio repentino del material de la película al del sustrato en una distancia de (2-5) Å, cuando no existe difusión ni reacción química, debido a la baja solubilidad, baja temperatura o contaminación superficial. Este tipo de interface suele

tener baja densidad de nucleación, que genera vacíos interfaciales y una adherencia deficiente porque dichos vacíos lo exponen fácilmente a fracturas (Mattox, 1998).

### **Interface de anclaje mecánico**

La interface mecánica pertenece a una interface abrupta sobre una superficie rugosa. Si el revestimiento conformado rellena la rugosidad del sustrato, genera un anclaje mecánico que ofrece una alta adhesión, dependiendo de las propiedades mecánicas de los materiales. Si la rugosidad no se rellena, su adhesión será mínima por falta de contacto y vacíos interfaciales, este relleno puede mejorarse con bombardeo energético y una alta movilidad superficial o un flujo disperso de átomos (Mattox, 1998).

- **Por difusión:** Este tipo de interface se caracteriza por su cambio gradual en la composición a lo largo de la región interfacial, sin la presencia de compuestos. Se forma cuando hay solubilidad sólida mutua entre la película y el sustrato, con suficiente tiempo y temperatura para permitir el intercambio de átomos. También crea una gradación (cambio gradual de propiedades o composición) en propiedades que favorece la adhesión y orientación cristalina, pero puede verse afectada por contaminación. Si las tasas de difusión son diferentes, se puede generar porosidad de Kirkendall (vacíos por difusión desigual de átomos), debilitando su unión. Además, una zona de reacción muy gruesa o formación de fases frágiles puede reducir la adhesión, en cambio en algunos casos la difusión controlada puede



mejorarla, como en la formación de efectos de anclaje en la deposición de carburos sobre óxidos (Mattox, 1998).

- **Compuesta:** Esta interface se da con la unión de la interface por difusión, junto con la reacción química. Los compuestos formados suelen ser frágiles, y con frecuencia se pueden generar altas tensiones debido a los cambios volumétricos implicados en la formación de nuevas fases. A veces, estas tensiones se alivian mediante microgrietas en la región interfacial, debilitando al material de la interface. Sin embargo, la interface compuesta puede mejorar la adhesión de la película, pero si la zona de reacción es muy gruesa, puede aparecer porosidades y compuestos frágiles que reducen su adherencia. Es muy común estos casos en sistemas reactivos, como metal-óxido o metal-metal. Por ejemplo, en el sistema Al - Au donde pueden formarse vacíos de Kirkendall como una fase intermetálica frágil denominada plaga de púrpura, la cual provoca fallas prematuras en la unión. Por tanto, la reacción y difusión generan una capa con propiedades gradientes que puede actuar como capa de transición, pero ésta también puede debilitarse por tensiones, vacíos o microgrietas. En superficies poliméricas, la adhesión depende de la capacidad de los átomos depositados para difundir y formar núcleos o enlaces químicos con la cadena del polímero (Mattox, 1998).
- **Pseudo-difusión:** Esta interface, puede formarse entre materiales insolubles, por ejemplo, plata y hierro u osmio y oro, a temperaturas menores donde las fases no se segregan. En los procesos de deposición, se puede formar una interface con composición y propiedades

gradientes mediante la “gradación” del depósito de un material al otro. También esta interface puede generarse mediante la implantación por retroceso durante el bombardeo iónico concurrente o posterior. En la co-deposición (deposición simultánea de varios materiales), la nucleación de distintos materiales puede provocar segregación de fases en lugar de una mezcla homogénea, generando así una superficie rugosa (Mattox, 1998).

#### **2.1.5.4. Crecimiento de recubrimientos**

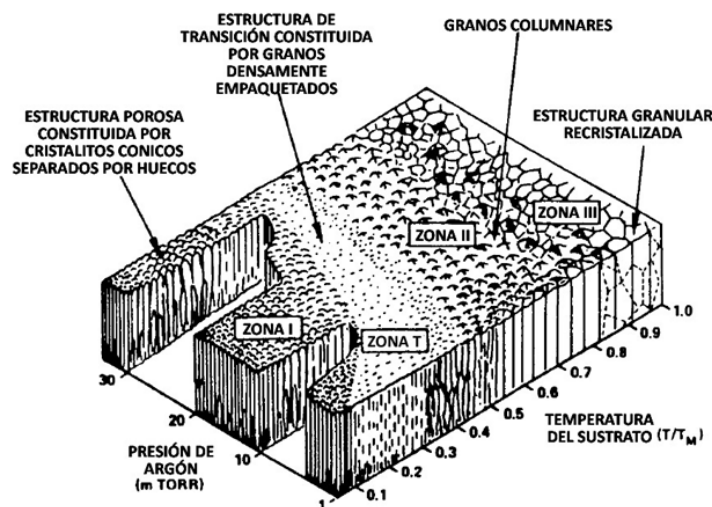
Los recubrimientos de las películas delgadas crecen por la nucleación continua de átomos que son depositados sobre el material previamente depositado, y su superficie se va cubriendo continuamente con nuevo material. El crecimiento y la nucleación influyen en propiedades como la densidad, área superficial, morfología y tamaño del grano (Mattox, 1998).

- Rugosidad de la superficie del sustrato, inicialmente y durante el proceso.
- Temperatura superficial, al inicio y durante su crecimiento.
- Movilidad superficial de los átomos adsorbidos (adátomos).
- Efectos de sombrero geométrico (ángulo de incidencia que genera sombras lo que desiguala el crecimiento de la película).
- Reacción y transporte de masa en la deposición, efectos de segregación y aglomeración de vacíos.

La rugosidad superficial de una película puede aumentar durante su crecimiento debido a que ciertos planos cristalográficos crecen rápidamente. En algunos casos, la

superficie puede planarizarse gracias al material depositado, o bien puede evitarse el desarrollo de la rugosidad, que no siempre es uniforme en toda la superficie y puede haber zonas localizadas con mayor rugosidad debido a poros, cavidades, rayaduras, etc., generando variaciones en las propiedades de la película (Mattox, 1998).

Existen tres variables que afectan el crecimiento del recubrimiento: Tipo de sustrato, temperatura y presión, donde los sustratos influyen directamente en la formación de la película. Si el sustrato es rugoso, con picos altos recibirán a los adátomos de todas las direcciones, y si es baja, los picos crecerán más rápido. Esto se corrige con un sustrato bien pulido, con una superficie super lisa tipo espejo, en referencia a la temperatura cuando esta es mayor, se forman estructuras columnares con granos grandes, y si es menor, los granos son más pequeños y densos, hasta llegan a generar estructuras porosas por la baja movilidad de los adátomos, si la temperatura sigue descendiendo. Además, a mayor presión de argón se reduce la calidad estructural del revestimiento debido a que disminuye o limita la llegada de los átomos a la superficie, reduciendo la movilidad de los adátomos (ver Figura 2.23) (Angarita, 2017).



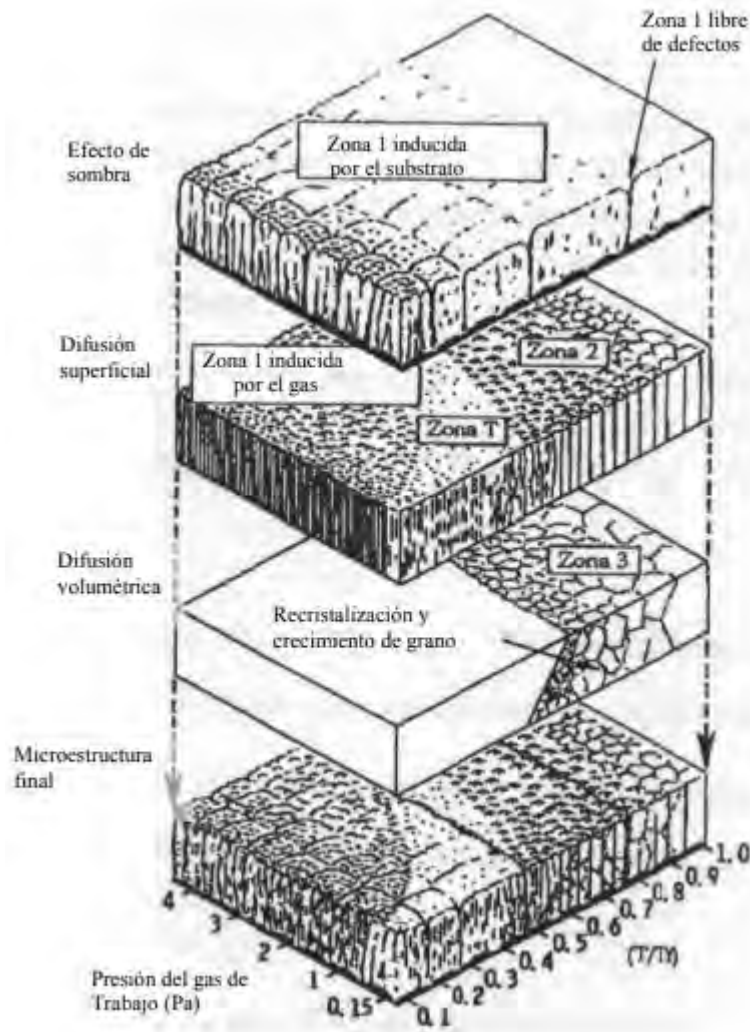
**Figura 2.23:** Modelo tridimensional de estructura de zonas de Thornton, adaptado de (Mattox, 1998) para (Angarita, 2017).

#### **2.1.5.5. Evolución de la estructura de la película**

La evolución de la micro y nanoestructura de una película delgada puede darse durante el depósito y durante el procesamiento posterior al depósito, para adaptarla, es esencial conocer la dependencia con respecto a los correspondientes parámetros de deposición, comprendiendo los mecanismos de control de la formación y evolución de la nanoestructura durante el crecimiento y procesamiento posterior. En general, una película policristalina está compuesta de granos o cristales distribuidos con tamaño determinado. Cada grano tiene una orientación cristalina particular en relación con una dirección fija, que mayormente es perpendicular a la superficie de la película. Si estas orientaciones no están distribuidas al azar, la película presentará una textura cristalográfica, que significa que la mayoría de los granos están sumamente alineados con una misma dirección cristalina que es perpendicular al plano de la película delgada, también ésta presenta una variedad de interfaces, por ejemplo, las interfaces entre granos individuales, interface de sustrato-película y la superficie libre. Estas interfaces se caracterizan por un cierto grado de desorden en la disposición atómica, generando que la energía libre de las interfaces aumente. Las energías de deformación se consideran como energía libre de Gibbs, energías que están asociadas a distintos tipos de defectos de la red (Asencios, 2016; Almqvist, 2006).

A partir del modelo de evolución de la microestructura de las películas o modelo TMD (Autores: Thornton, Movchan y Demchysin), una vez que las islas coalescen (se fusionan), formándose una película continua, los nuevos átomos que llegan a la superficie se integran a la estructura del recubrimiento por mecanismos de difusión en la superficie y adsorción. Adicionalmente existen procesos, como la migración de los átomos a lo largo de las columnas de los granos o hacia el interior de éstos, ayudando a cerrar los poros presentes en las películas en crecimiento. Pero en

películas delgadas obtenidas por sputtering, la interacción de los átomos provenientes del blanco con los átomos del gas de descarga hace que se pierda energía, especialmente a altas presiones. Esto influye en la forma del crecimiento y morfología de la película como se muestra en la Figura 2.24 (Cruz, 2022).



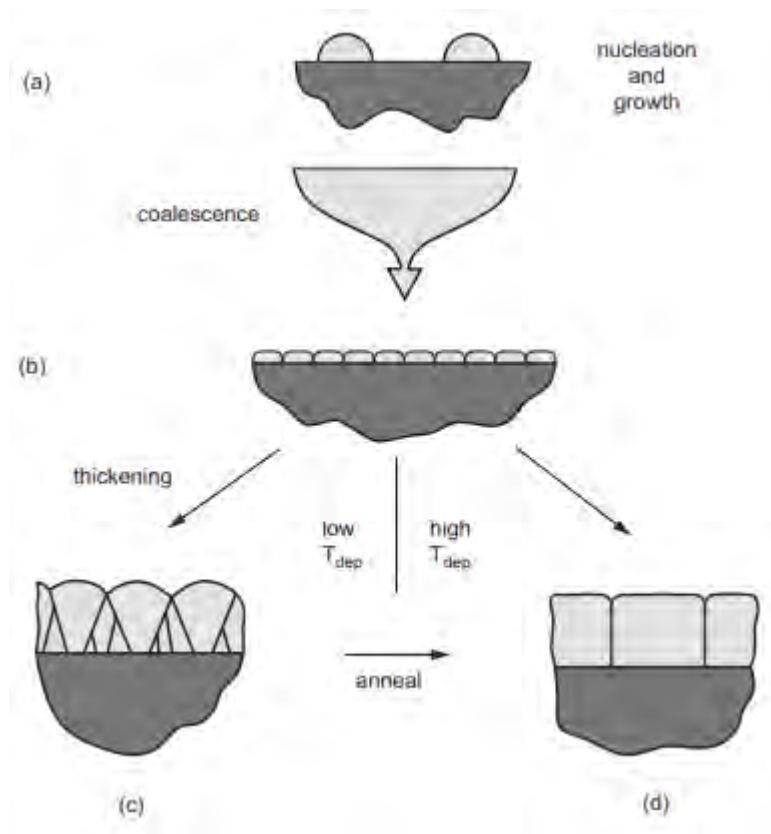
**Figura 2.24:** Morfología y estructura de la película como función de la temperatura normalizada (relativa) y la presión; región 1: estructura porosa; región T: zona de transición; región 2: estructura columnar; región 3: recrystalización del material depositado, (Gómez, 2005).

#### 2.1.5.5.1. Proceso cinético

En la deposición de películas policristalinas, existen varios procesos cinéticos fundamentales mediante los cuales evoluciona la micro y nanoestructura, como se

visualiza en la Figura 2.25. Estos procesos son (Almtoft, 2006):

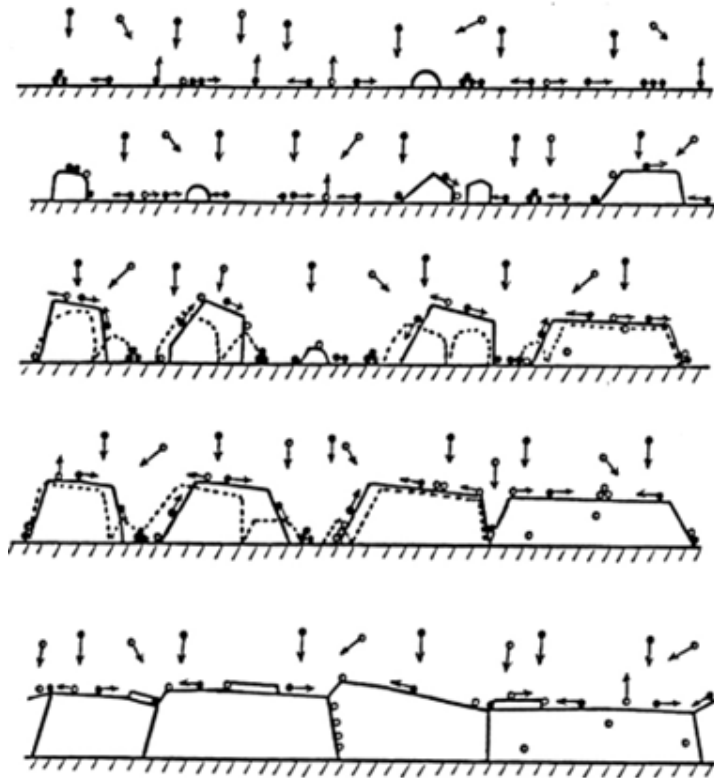
- Nucleación y crecimiento de islas separadas.
- Impacto y coalescencia de islas.
- Desarrollo de una estructura continua y crecimiento de la película.



**Figura 2.25:** Descripción de la posible evolución de la estructura granular durante el depósito de películas delgadas policristalinas, la formación y crecimiento de islas genera los límites de grano. La estructura granular depende de la movilidad de los adátomos y la temperatura del sustrato en relación con el material (Thompson, 2000).

La estructura puede desarrollarse durante el procesamiento posterior al depósito, por ejemplo, debido al recocido térmico, recristalización, aniquilación de defectos; procesos que pueden contribuir a su desarrollo. La forma en que la estructura de la película evoluciona durante los procesos es dependiente de las condiciones de procesamiento de las películas, elección del material, velocidad de depósito,

temperaturas de depósito, bombardeo de iones, voltaje, etc. Estas condiciones de procesamiento afectan la difusividad y la movilidad en la película delgada en evolución (ver Figura 2.26). Además, su crecimiento se expone a bombardeo de partículas energéticas, como la deposición por bias-sputtering, donde una movilidad adicional se suministra a los átomos de la superficie (Almtoft, 2006; Asencios, 2016).



**Figura 2.26:** Diagrama esquemático ilustrando los procesos fundamentales de crecimiento que controlan la evolución microestructural: Nucleación, Crecimiento de la isla, interposición y la coalescencia de las islas, engrosamiento del grano, formación de islas y canales policristalinos, desarrollo de una estructura continua y crecimiento de la película (Petrov et al., 2003).

#### 2.1.5.5.2. Coalescencia de isla

A medida que las islas crecen hasta alcanzar un cierto tamaño, eventualmente comienzan a interponerse entre sí. Cuando dos islas entran en contacto, se someterán a una fuerza de impulso para la formación de un límite de grano, luego de lo cual, las islas comienzan a coalescer y formar una película continua. Si su difusividad es menor,

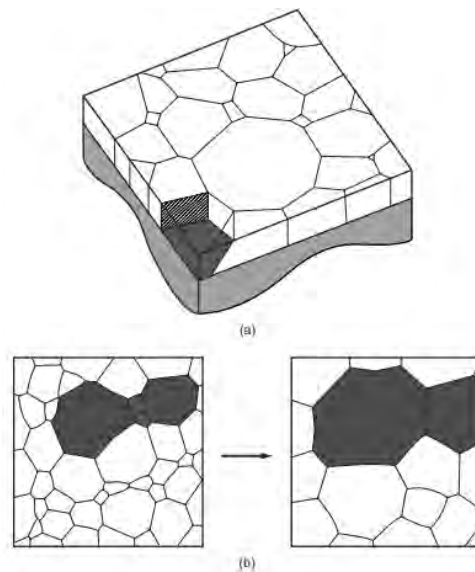
la atracción entre las islas suele ir acompañada de una deformación considerable en la película en formación, lo que explica la tensión intrínseca observada en las primeras etapas de crecimiento de la película. Cuando existe una diferencia de energías entre dos islas interponiéndose, debido al tamaño y/o energías interfaciales, aparece una fuerza impulsora que favorece el crecimiento de una isla a expensas de la otra. La difusividad influye directamente en la evolución del tamaño y orientación del grano; si es mayor, permite eliminar islas pequeñas por movimientos de límites de grano; si es menor, se conservan límites y se forman granos pequeños tras la coalescencia (Almtoft, 2006).

#### **2.1.5.5.3. Crecimiento de grano**

Las películas delgadas policristalinas tienen estructuras granulares altamente restringidas, presentando un comportamiento mecánico limitado e inusual, afectando las propiedades, el rendimiento y la fiabilidad en una amplia variedad de aplicaciones, empleados con espesores menores de 1  $\mu\text{m}$ . Estas películas a menudo presentan granos no equiaxiales que atraviesan todo el espesor de la película (ver Figura 2.27), donde los tamaños pueden variar de menores a mayores. También suelen presentar tamaños de grano bimodales con orientaciones cristalográficas no aleatorias, mostrando una textura con planos específicos alineados a la superficie de la película. El engrosamiento del grano, comúnmente conocido como “crecimiento de grano”, ocurre a través del movimiento de los límites de grano. El crecimiento de grano en materiales policristalinos tiende a reducir la energía total del sistema, y en los nanocristalinos su fuerza impulsora es mayor debido a las numerosas interfaces desordenadas. Que puede comprender la estabilidad térmica de los materiales nanocristalinos, debido a que sus propiedades dependen del tamaño de grano fino. En los materiales sólidos puros, este crecimiento es impulsado por la reducción del área de los límites del grano,



disminuyendo la energía total del sistema (Thompson & Carel, 1996; Almtoft, 2006).



**Figura 2.27:** Crecimiento de grano en una película continua con un tamaño de grano en el plano constante a lo largo del espesor de la película, y con un tamaño promedio de grano en el plano similar al espesor de la película (Thompson, 2000).

## 2.1.6. Técnicas de caracterización

### 2.1.6.1. Estrés en películas delgadas

Las películas delgadas o recubrimientos depositados sobre un sustrato normalmente presentan tensiones internas, donde la película busca ser más pequeña o grande de lo que le permite el sustrato; por lo tanto, éstas estarán sometidas bajo el esfuerzo tensivo (película quiere alargarse) o esfuerzo compresivo (película quiere contraerse). El estrés se mide en pascales (Pa); en general en las películas delgadas, estos esfuerzos pueden ir desde los GPa en compresión (negativo) hasta algunos GPa en tracción (positivo). Para determinar el estrés de una película delgada unida al sustrato flexible inducida por una curvatura de dicho sustrato, Stoney uso tiras de acero para sus experimentos; por lo tanto, para medir el estrés mediante la curvatura del sustrato se usan obleas de silicio, siendo denominado como “mediciones de curvatura de obleas”. Debido a que la película induce esfuerzos únicamente en un solo lado del

sustrato, la curvatura resultante puede describirse en función de  $1/R \propto \sigma_f t_f$ , donde  $\sigma_f$  es el estrés promedio y  $t_f$  el espesor de la película. Para este proceso, las obleas deben tener mayor espesor que la película para generar la curvatura a consecuencia del estrés de la película (Janssen, 2007).

En películas delgadas, en el estrés tensivo la curvatura del sustrato es convexo y en el estrés compresivo su curvatura del sustrato es cóncavo. Asimismo, el estrés en películas delgadas presenta dos categorías, que son las siguientes:

### **1) Estrés de crecimiento o intrínseco**

Este tipo de estrés se genera durante la formación de la película sobre el sustrato que dependen de factores como los materiales, temperatura del sustrato, flujo de crecimiento y las condiciones de la cámara de vacío. Gracias a técnicas de medición *in-situ*, se ha podido seguir la evolución y diferenciar el estrés que surge en distintas fases del crecimiento y los que permanecen al culminar el proceso. Estos esfuerzos suelen ser reproducibles con una temperatura ambiental estable, relacionándose con fenómenos como la movilidad de adátomos y la unión con el sustrato en la formación de las estructuras. Además, esta denominación se conoce como estrés intrínseco, aunque este término presenta limitaciones como descriptor de lo que realmente representa (Freund & Suresh, 2003).

### **2) Estrés inducido o extrínseco**

En esta categoría se consideran los esfuerzos que aparecen después del crecimiento debido a cambios en el entorno físico, especialmente cuando la película esta adherida a un sustrato. Donde la distinción entre esfuerzos de crecimiento e inducidos puede no ser lo suficientemente clara, pero, sin embargo, esta clasificación no tiene un significado fundamental, y la falta de división precisa entre categorías no

suele ser relevante (Freund & Suresh, 2003).

#### **2.1.6.1.1. Medición del estrés: método de curvatura y ecuación de Stoney**

La importancia del estrés radica en que, si el nivel de estrés es alto y de tracción, este puede provocar agrietamiento de la película, y si es de compresión puede producir una delaminación de esta. Excepto en el caso de una epitaxia ideal, donde la estructura final de crecimiento es inevitablemente metaestable y puede desviarse considerablemente del equilibrio debido a la gran cantidad de grados de libertad involucrados en su formación (Pujada, 2016; Freund & Suresh, 2003).

La evolución del estrés en películas delgadas se determina midiendo la constante de red fuera del plano en función del tiempo de crecimiento, si una disminución (aumento) en la constante de red fuera del plano, genera un cambio en la dirección de la tensión (compresiva). La película inicialmente se encuentra en un estado compresivo, debido al proceso dinámico de deposición, con el bombardeo de átomos energéticos sobre la superficie formando así el crecimiento de la película (Almtoft, 2006).

Thornton observó un cambio fuerte del estrés compresivo al tensivo, conforme aumentaba la presión de argón. debido al incremento de la masa atómica del gas. El estrés compresivo se atribuyó al bombardeo de la película por átomos energéticos de argón (Ar) reflejados desde el blanco, fenómeno denominado “peening atómico”. Cuando la presión aumenta, la energía de los átomos reflejados disminuye por las colisiones con el gas de argón, dando lugar así a un régimen tensil (tensión interna de tracción). La medición del estrés en películas delgadas se lleva a cabo mediante el método de curvatura de obleas de silicio presentada por Stoney (Calderón, 2018).

Por tanto, la ecuación de Stoney se presenta de la siguiente forma:

$$\sigma = \frac{1}{6} \left( \frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \frac{E_s t_s^2}{(1 - \nu_s) t_f} \quad (5)$$

donde:

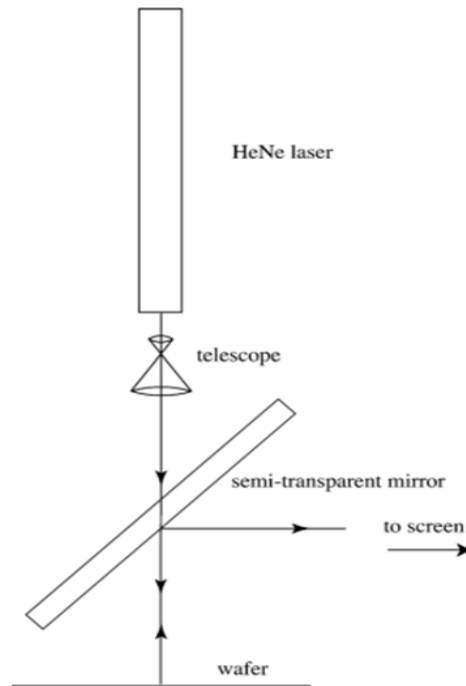
$R_1$ : Radio de curvatura de la oblea antes de la deposición

$R_2$ : Radio de curvatura de la oblea después de la deposición

$E_s$  &  $\nu_s$ : Modulo de Young y coeficiente de Poisson (razón de la deformación transversal a la deformación longitudinal) del sustrato de silicio (100)

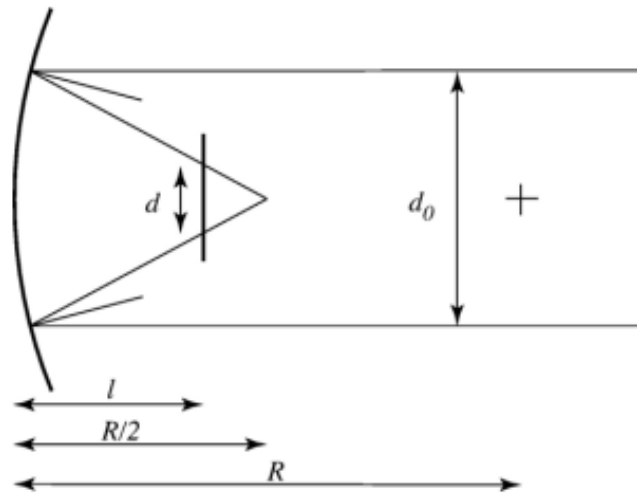
$t_s$  &  $t_f$ : Espesor del sustrato y espesor de la película, respectivamente.

El procedimiento experimental para conocer el estrés en películas delgadas se inicia con la medición de la curvatura de la oblea antes ( $R_1$ ) y después de la deposición ( $R_2$ ) de la película en dos ángulos diferentes  $45^\circ$  y  $90^\circ$ . Este proceso se hace mediante dos haces de laser paralelos distanciados a  $d_0$  incidiendo de forma perpendicular a la superficie de la oblea, como se puede ver en la Figura 2.28 (Calderón, 2018).



**Figura 2.28:** Esquema de un haz de laser, para medir la curvatura de la oblea de silicio (Janssen, 2007).

El camino óptico para dos haces de láseres se centra en el diagrama como se ve en la Figura 2.29, con el fin de determinar el radio de curvatura de la oblea de silicio  $R$ ; se mide la distancia de separación entre los dos haces de láseres reflejados ( $d$ ) a una distancia  $l$  medidos en una pantalla con un vernier antes y después de la deposición de la película (Pujada, 2016).



**Figura 2.29:** Esquema de dos haces de laser, para medir la curvatura de oblea de silicio (Janssen, 2007).

#### 2.1.6.2. Nanoindentación en películas delgadas

Las pruebas de nanoindentación son uno de los métodos más utilizados para evaluar las propiedades mecánicas de los materiales, especialmente para determinar la dureza, que depende de la resistencia a deformarse plásticamente. En este tipo de experimentos, normalmente se aplica una carga al material mediante un indentador, donde el valor de la dureza se obtiene dividiendo la carga entre el área proyectada residual de la huella de indentación. La nanoindentación permite medir la dureza y el módulo de Young en pequeños volúmenes. En películas delgadas, se requieren indentaciones superficiales, con el fin de evitar la influencia del sustrato (Almtoft, 2006).

La nanoindentación es simplemente una prueba de indentación a una escala de penetración de  $10^{-9}$  m, siendo esta la última escala más común en las pruebas de dureza convencional. En las pruebas de nanoindentación, el área de contacto entre el indentador y la muestra se determina de forma indirecta, midiendo la profundidad de penetración y usando la geometría conocida del indentador, debido a que la huella residual es demasiado pequeña para ser medida directamente. Por esta razón, la nanoindentación puede considerarse un caso especial de los términos más generales: Indentación con detección de profundidad (*depth-sensing indentation*, DSI) o prueba de indentación instrumentada (*instrumented indentation testing*, IIT). No solo la dureza es de interés para la ciencia de materiales. La técnica de indentación también puede utilizarse para calcular el módulo elástico, exponente de endurecimiento por deformación, tenacidad en la fractura y propiedades viscoelásticas (deformación elástica y viscosa dependiente del tiempo) (Fischer-Cripps, 2011).

En esta técnica, los valores de la fuerza aplicada están dados en el orden de los milinewtons (mN) empleando un transductor electrostático o piezoeléctrico encargado de aplicar la fuerza y un sensor cuya función es medir todos los desplazamientos del indentador. Para determinar la dureza se obtiene dividiendo la fuerza aplicada  $F$ , entre el área proyectada residual  $A$ . En lugar de medir el área de la huella después del procedimiento de nanoindentación, lo cual suele ser difícil donde se requiere más tiempo debido al tamaño submicrométrico de la indentación. El enfoque de la nanoindentación se presenta con una curva típica de carga-desplazamiento. En la Figura 2.30 se muestra que, a partir de esta indentación con detección de profundidad, la dureza ( $H$ ) puede determinarse fácilmente si se dispone de la relación que describe la función de área del indentador  $A(h_c)$ , como muestra la siguiente expresión (Estupiñán, 2020; Almtoft, 2006).

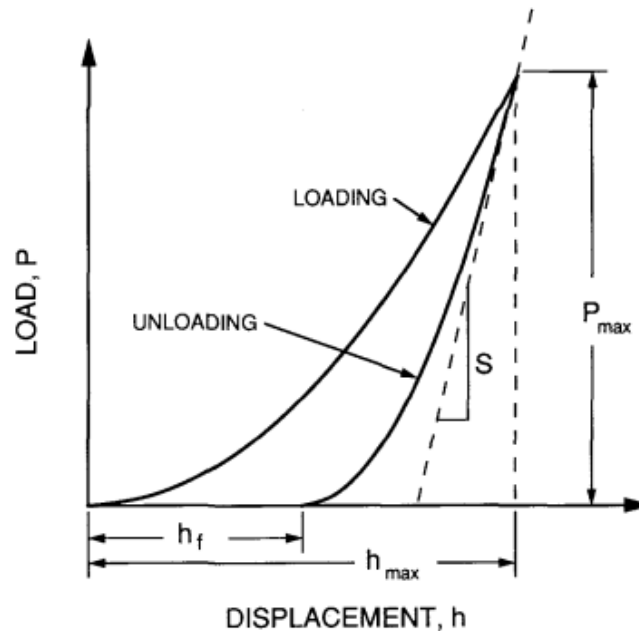
$$H = \frac{F_{max}}{A(h_c)} \quad (6)$$

donde:

$F_{max}$ : Carga máxima

$A(h_c)$ : Función del área de contacto con carga máxima

$h_c$ : Profundidad de contacto (Distancia vertical a lo largo de la cual el material se ajusta al indentador)



**Figura 2.30:** Representación esquemática de la relación carga-desplazamiento que muestra las magnitudes relevantes en el análisis de la dureza y el módulo elástico ( $S$ , siendo la rigidez de descarga inicial) (Oliver & Pharr, 1992).

Existen dos opciones para la profundidad de contacto, la profundidad de carga máxima  $h_{max}$  (desplazamiento máximo en el ciclo de la carga) y la profundidad final  $h_f$  (profundidad residual de la huella después de la descarga). La profundidad de contacto real es intermedia por los efectos elásticos, por lo cual es necesario determinar la profundidad de contacto real para tener en cuenta únicamente la deformación plástica. Para representar una sección transversal de una indentación se definen los parámetros

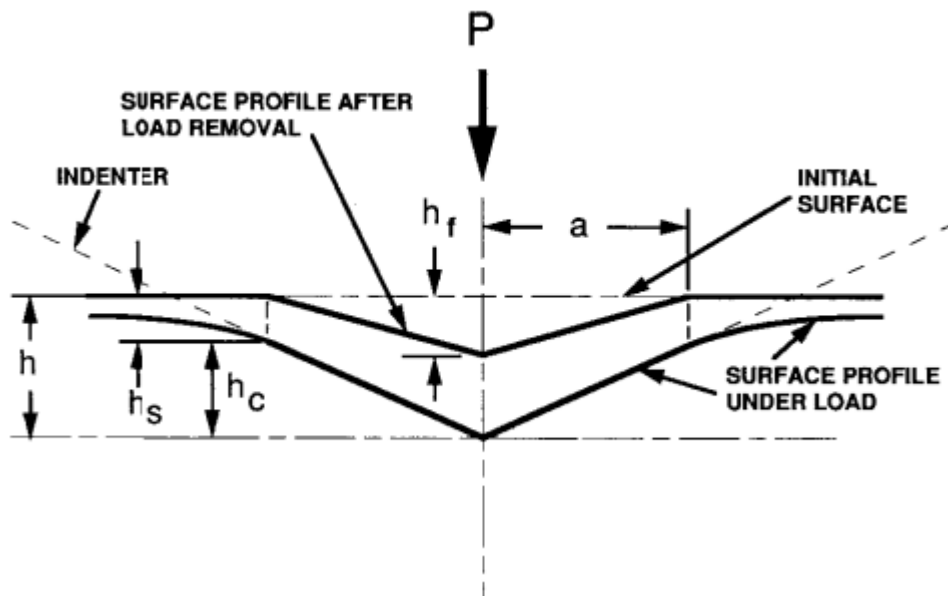
usados en el análisis, como se observa en la Figura 2.31, donde la carga máxima corresponde al desplazamiento máximo  $h_{max}$  de la siguiente manera (Almtoft, 2006):

$$h_{max} = h_c + h_s \quad (7)$$

donde:

$h_c$ : Profundidad de contacto

$h_s$ : Desplazamiento de la superficie en el perímetro del contacto



**Figura 2.31:** Representación esquemática de una sección a través de una sangría que muestra varias cantidades utilizadas en el análisis (Oliver & Pharr, 1992).

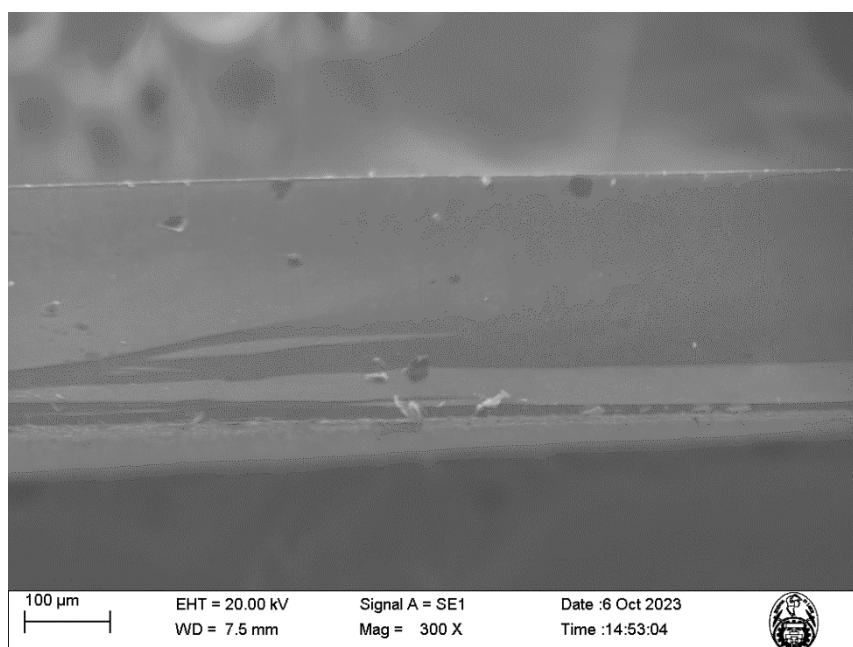
También la nanoindentación, en general, es un método casi no destructivo que permite obtener múltiples propiedades de una película, tales como fluencia (deformación lenta), tenacidad (resistencia) a la fractura y comportamiento superficial con alta precisión. En el proceso, durante la carga se registra la penetración máxima y al descargar se analiza la pendiente generada de la curva para calcular propiedades mecánicas. En materiales viscoelásticos se observa fluencia “*creep*”, cuyo análisis revela comportamientos de sólidos y líquidos. En cambio, en los materiales frágiles



pueden formarse grietas que permiten estimar la tenacidad a la fractura (Fischer-Cripps, 2011).

### 2.1.6.3. SEM en películas delgadas

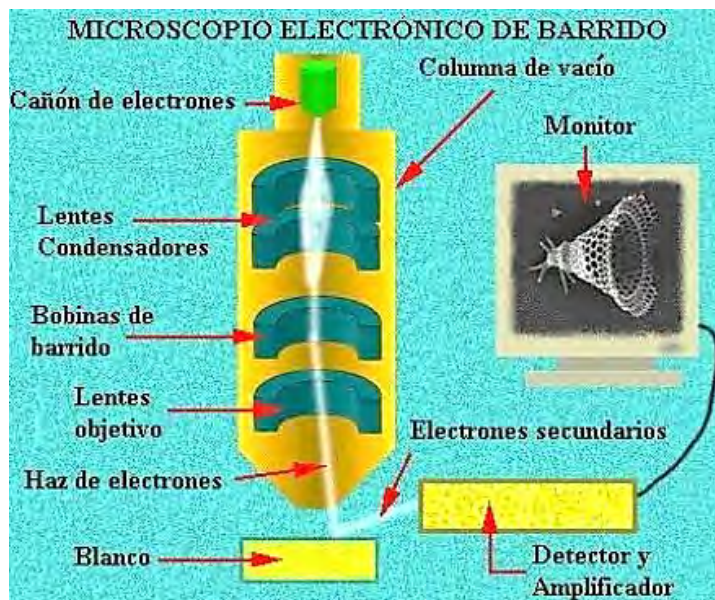
El microscopio electrónico de barrido (SEM, *Scanning Electron Microscope*) permite obtener micrografías con la finalidad de distinguir microestructuras superficiales con una gran capacidad para producir imágenes con alta resolución de la superficie de una muestra, presentando una apariencia tridimensional que la caracteriza, ilustrado en la Figura 2.32 (Cruz, 2022; Cabrera, 2007).



**Figura 2.32:** Imagen SEM del recubrimiento de Nitruro Titanio – Niobio, Laboratorio de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería.

Las micrografías obtenidas se basan en la producción de electrones secundarios (ES) y el proceso de *scanning* donde en lugar de luz, el SEM utiliza ES emitidos desde la superficie para formar la imagen, donde la intensidad y el ángulo de emisión de los electrones depende tanto de la topografía de la superficie como del material. En la Figura 2.33 se muestra el esquema del Microscopio electrónico de barrido SEM. El

ángulo de emisión depende de la morfología superficial, por lo que los electrones recogidos espacialmente permiten obtener y mostrar una imagen de la superficie. Esta técnica presenta una alta resolución lateral y vertical, para el análisis topográfico, estructural y composicional, usadas para el estudio de películas delgadas, semiconductores, nanopartículas, etc. Una de las virtudes del SEM es la profundidad de campo responsable, permitiendo el efecto tridimensional a distintas profundidades como se mencionó, donde la calidad de imagen se verá afectada debido a la muestra magnética (dispersa los electrones) o acumulación de carga por ser aislante (Ale, 2019; Mattox, 1997; Mossos, 2020).

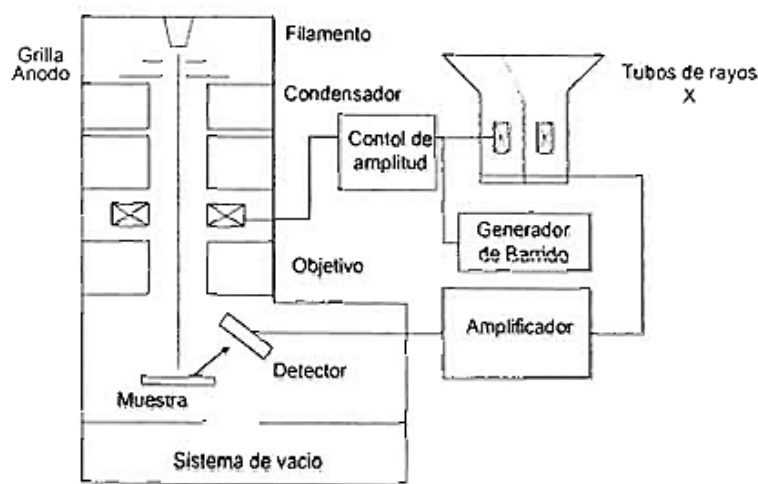


**Figura 2.33:** Esquema específico del microscopio electrónico de barrido (Cabrera, 2007).

El uso del SEM permite la observación y el análisis de toda clase de superficies. Estas imágenes se pueden ver mediante un sistema óptico electrónico, como en la Figura 2.34 que se constituye con los siguientes sistemas (Olaya, 2005):

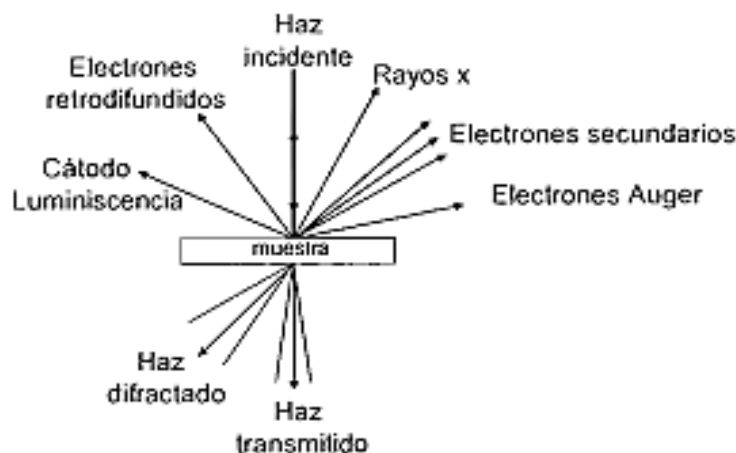
- Columna óptico-electrónica que genera un haz de electrones.
- Sistema de doble deflexión del haz electrónico.

- Sistema de detección de señales originadas en la superficie de la muestra.
- Sistema electrónico de ampliaciones de señales.
- Sistema de visualización final de imagen.



**Figura 2.34:** Esquema de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido SEM (Olaya, 2005).

A su vez el microscopio electrónico de barrido permite obtener imágenes de un material a partir de la visualización de las distintas señales que se generan al incidir el haz de electrones en alto vacío sobre la superficie de la muestra, ver la Figura 2.35.



**Figura 2.35:** Señales que se originan en la superficie de una muestra como resultado de la interacción con el haz de electrones (Olaya, 2005).

El SEM, está constituido básicamente por; un cañón de electrones, lentes electromagnéticas y pantalla. Donde el cañón de electrones genera un haz de electrones que cumplen algunos requisitos como el brillo y estabilidad alta, las fuentes de electrones pueden ser termoiónicas o de emisión de campos, que están constituido por un filamento, rodeado por un cilindro de Wehnelt, con un potencial ligeramente más negativo, y un ánodo debajo de éste (ver Figura 2.36). En los emisores térmicos, los electrones generados por emisión termoiónica al calentar el filamento (tungsteno) hasta que los electrones sobrepasen la barrera energética. Pero en los emisores de campo, el campo eléctrico reduce la barrera permitiendo el paso por efecto túnel, existiendo así tipos asistidos térmicamente (Schottky) y la emisión de campo frío (CFE). Por otro lado, las lentes electromagnéticas enfocan el haz de luz, donde su longitud focal depende del voltaje de aceleración y la intensidad del campo magnético, donde las aperturas en el haz eliminan electrones no deseados que pueden afectar la resolución y profundidad de campo. El haz se barre con bobinas y un astigmador lo corrige, donde los electrones secundarios detectados muestran la morfología, tamaño de grano, composición y la uniformidad de las películas (Meza, 2017).



**Figura 2.36:** Esquema del microscopio electrónico de barrido SEM con detector de rayos X (Meza, 2017).

## 2.2. Marco conceptual

### 2.2.1. Campo magnético debido a imanes permanentes

El campo magnético debido a un imán permanente macizo de forma cilíndrica, sobre puntos de su eje longitudinal (ver Figura 2.37), se calcula mediante la siguiente expresión:

$$B = \frac{B_r}{2} \left[ \frac{D + z}{\sqrt{R^2 + (D + z)^2}} - \frac{z}{\sqrt{R^2 + z^2}} \right] \quad (8)$$

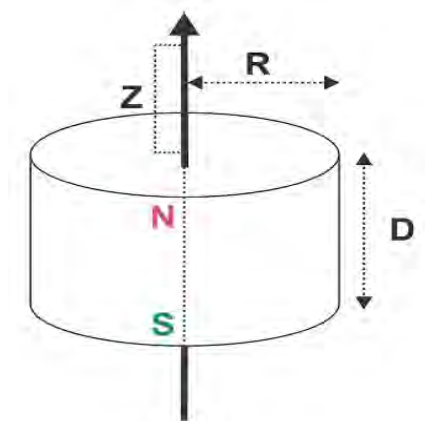
donde:

$R$ : Radio del cilindro ( $mm$ )

$D$ : Espesor o altura del cilindro ( $mm$ )

$B_r$ : Inducción magnética residual o remanencia (Gauss)

$z$ : Distancia sobre el eje de simetría del punto de observación a uno de los polos del imán ( $mm$ )



**Figura 2.37:** Cilindro magnético macizo (<https://www.supermagnete.es>).

Mientras que para un imán permanente (magnetizado axialmente) que tiene la forma de un tubo cilíndrico achatado, con las dimensiones que se muestran en la Figura 2.38, la expresión para calcular la densidad de flujo magnético sobre el correspondiente

eje de asimetría está dada por la siguiente expresión:

$$B = \frac{B_r}{2} \left[ \left( \frac{D+z}{\sqrt{R_a^2 + (D+z)^2}} - \frac{z}{\sqrt{R_a^2 + z^2}} \right) - \left( \frac{D+z}{\sqrt{R_i^2 + (D+z)^2}} - \frac{z}{\sqrt{R_i^2 + z^2}} \right) \right] \quad (9)$$

donde:

$B$ : Inducción magnética

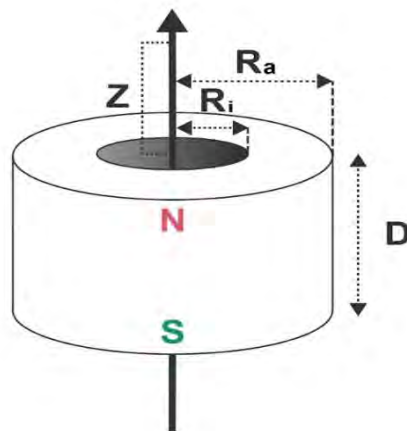
$B_r$ : Inducción magnética residual (Gauss)

$z$ : Distancia sobre el eje de simetría del punto de observación a uno de los polos del imán ( $mm$ )

$D$ : Espesor o altura del cilindro ( $mm$ )

$R_a$ : Radio externo del cilindro ( $mm$ )

$R_i$ : Radio interno del cilindro ( $mm$ )



**Figura 2.38:** Cilindro magnético hueco (<https://www.supermagnete.es>).

### 2.2.2. Transferencia de calor

La transferencia de calor está basada en la termodinámica, más específicamente en el primer principio de ésta, que también se denomina principio de conservación de la energía, el mismo que establece que la energía no se crea ni se destruye, solo se

transforma. Este principio de conservación de la energía o balance de energía indica que la transformación total en la energía del sistema siempre va a ser igual a la energía total que ingresa menos la energía total que sale del sistema. Para las aplicaciones en ingeniería, se considera un volumen de control y las correspondientes condiciones estacionarias de operación (Núñez, 2020).

En el análisis de los procesos de transferencia de calor, resultan ser útiles, las siguientes expresiones:

$$\dot{E}_{ent} = \dot{E}_{sal} \quad (10)$$

$$\dot{m} = \rho v A_c \quad (kg/s) \quad (11)$$

$$\dot{V} = v A_c = \frac{\dot{m}}{\rho} \quad (m^3/s) \quad (12)$$

$$\dot{Q} = \dot{m} C_p \Delta T \quad (kJ/s) \quad (13)$$

donde:

$\dot{E}_{ent}$  &  $\dot{E}_{sal}$ : Tasa de energía de entrada y tasa de energía de salida

$\dot{m}$ : Gasto másico

$\rho$ : Densidad del fluido

$v$ : Velocidad media de flujo

$A_c$ : Área de la sección transversal

$\dot{V}$ : Gasto volumétrico

$\dot{Q}$ : Potencia térmica transferida

$C_p$ : Calor específico del fluido

$\Delta T$ : Gradiente térmico

El flujo de un sistema puede presentarse en distintos regímenes. Para

determinar el régimen de un fluido en un tubo cilíndrico, se emplea el número de Reynolds ( $Re$ ), definido de la siguiente forma:

$$Re = \frac{\rho v D}{\mu} \quad (14)$$

donde:

$\rho$ : Densidad del fluido ( $kg/m^3$ )

$v$ : Velocidad media del flujo ( $m/s$ )

$D$ : Diámetro hidráulico o diámetro del tubo ( $m$ )

$\mu$ : Viscosidad dinámica del fluido ( $Pa \cdot s$ )

Para conductos no circulares, el número de Reynolds se determina empleando el Diámetro hidráulico ( $D_h$ ) como diámetro equivalente. En este caso, la expresión se define como:

$$D_h = \frac{4A_c}{P} \quad (15)$$

donde:

$A_c$ : Área de la sección transversal del conducto ( $m^2$ )

$P$ : Perímetro mojado del conducto ( $m$ )

Para determinar el tipo de flujo, se considera los rangos del número de Reynolds.

$Re < 2000$	Flujo laminar
$2000 \leq Re \leq 4000$	Flujo transitorio
$Re > 4000$	Flujo turbulento



### 2.2.3. Sistema de vacío

El vacío se conoce como un espacio donde la presión de gas es muy baja, es decir, que no hay presencia de partículas en comparación con el medio ambiente, por tanto, la calidad del vacío dada dentro la cámara de alto vacío es determinante para la deposición de películas delgadas. En el proceso de pulverización, la naturaleza del gas de descarga se ve condicionada por tres aspectos:

**Presión del gas:** Necesario para determinar el trayecto libre de las moléculas pulverizadas y el número de moléculas gaseosas que llegan al sustrato por unidad de tiempo.

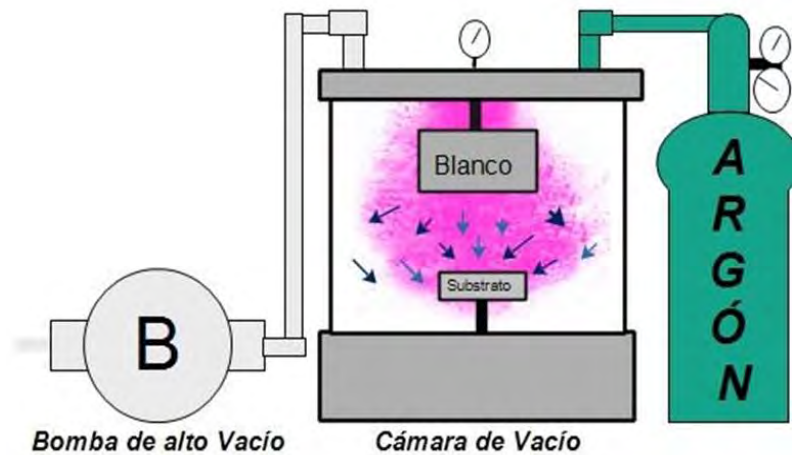
**Flujo gaseoso “ $\Psi$ ”:** Definido como el producto de la velocidad de bombeo “ $S$ ”, y la presión en la cámara “ $P$ ”.

**Pureza del gas residual:** Si se asume que el gas de trabajo es completamente puro, que la presión de vapor de los materiales presentes en la cámara de vacío es despreciable y que no ocurre desgasificación, el flujo gaseoso estaría compuesto únicamente por argón (Ar). Estas condiciones permitirán optimizar el proceso de deposición, favoreciendo la obtención de películas delgadas con mayor calidad.

La medición de la presión y del nivel de vacío se expresa comúnmente en unidades como Bar, Torr, Psi (Lbf/in<sup>2</sup>), atm, kg/cm<sup>2</sup>, Pa (N/m<sup>2</sup>) dependiendo del sistema de referencia empleado.

En la tecnología del vacío, se tiene varios avances, por ejemplo, en la ingeniería de superficies, aplicado al proceso de sputtering (pulverización catódica) donde es importante el vacío para que los átomos, moléculas, iones o electrones viajen de manera libre sin provocar choques entre ellos durante la deposición. Por tal motivo, para lograr el vacío en una cámara, el sistema principalmente debe estar constituido

por una bomba difusora de alto vacío apoyada por una bomba mecánica, permitiendo que la presión esté estable en el orden de  $10^{-6}$  mbar, como se muestra en la Figura 2.39.



**Figura 2.39:** Esquema de la cámara de vacío en el sistema sputtering (Núñez, 2020).

#### **2.2.4. Variables durante el proceso de sputtering**

La deposición de películas delgadas está influenciada por diversas variables del proceso de recubrimiento, las cuales pueden ocasionar modificaciones significativas en sus características. Por esta razón, el análisis de cada uno de estos parámetros resulta esencial para la evaluación final de las propiedades de las películas, que se detallan a continuación:

##### **2.2.4.1. Temperatura**

La temperatura en el sistema sputtering es crucial para la síntesis de películas delgadas, debido a que ella es responsable de cambiar la estructura de los recubrimientos, así como de la creación de procesos de difusión para generar las interfaces de sustrato/recubrimiento que cumplan con lo exigido. Asimismo, la temperatura es también responsable de la transformación de la energía y la velocidad de los átomos hasta llegar a la colisión con el sustrato.

Para el proceso de deposición, el tipo de sustrato y el revestimiento, la temperatura empleada con la técnica PVD por magnetrón sputtering se da a rangos entre 200 °C a 600 °C, con la finalidad de hacer desaparecer los defectos estructurales de la película y los esfuerzos residuales, donde generalmente se usan los tratamientos térmicos, que permite la difusión (movimiento de masa) correspondiente durante la deposición. Entonces para inducir cambios de fase o crecimiento del grano se utilizan los tratamientos térmicos, por tanto, se modifican los cambios en los incrementos de temperatura manejándose cuidadosamente. Debido a la diferencia entre el coeficiente de expansión térmica del recubrimiento y el sustrato, pueden presentarse esfuerzos residuales, así como también los ajustes de fase que pueden aparecer, debido al cambio de fase y cambios de densidad, dando resultados negativos como el agrietamiento o el desprendimiento de la película delgada (Estupiñán, 2020).

#### **2.2.4.2. Potencia**

La potencia constituye otro de los parámetros fundamentales para la pulverización catódica, ya que es directamente proporcional al rendimiento del proceso; es decir, al incrementar la potencia aumenta la tasa de pulverización. Sin embargo, un incremento arbitrario de este parámetro puede generar efectos adversos, principalmente debido a la disipación de potencia inducida en el magnetrón. Se estima que aproximadamente un 75% de toda la energía transformada en calor produce el calentamiento del sistema de enfriamiento del magnetrón; por lo cual, la potencia total utilizada en el blanco debe ser transferida a través de éste hacia el sistema de enfriamiento del magnetrón, considerando el coeficiente térmico, conductividad térmica, punto de fusión y la resistencia mecánica del blanco, para tener una óptima adherencia de la película a depositar (Estupiñán, 2020).

En resumen, la potencia en sputtering es la energía por unidad de tiempo suministrada al cátodo para generar y mantener el plasma dentro del vacío. Esto significa que la energía es fundamental para acelerar los iones hacia el blanco, provocando la eyección de átomos del material para ser depositados al sustrato en forma de película delgada.

#### **2.2.4.3. Presión**

La presión es otra variable fundamental en la pulverización catódica y se clasifica en dos tipos: presión inicial y presión de trabajo. La presión inicial, también conocida como presión base, corresponde a su valor alcanzado tras la evacuación de los gases residuales del equipo de recubrimiento. Posteriormente, la presión de trabajo se establece una vez introducidos los gases de proceso requeridos para el sputtering. Ambas presiones son ajustables en función de los gases utilizados. Generalmente, para minimizar la presencia de partículas de aire en la cámara, la presión inicial está alrededor de  $10^{-5}$  Torr, mientras que la presión de trabajo suele encontrarse entre 1 y 10 mTorr. El rendimiento de sputtering puede incrementarse al disminuir la presión de trabajo, ya que los átomos expulsados del blanco quedan expuestos a un menor número de colisiones, lo que reduce su dispersión y favorece su trayectoria directa hacia el sustrato. No obstante, cuando la presión del gas descende, el voltaje aplicado al plasma respecto al blanco tiende a incrementarse, tanto en sistemas de potencia continua (DC) como de radiofrecuencia (RF). En consecuencia, la energía de los iones que bombardean el blanco también aumenta, lo que contribuye a maximizar el rendimiento de la pulverización (Estupiñán, 2020).

La presión en la cámara (luego de la inyección de un gas, como argón) influye directamente en la energía de los átomos y en la calidad de la película depositada. A bajas presiones se obtienen películas más densas y lisas; mientras que a presiones altas

las películas tienden a ser porosas y rugosas. Por tanto, el control de la presión resulta primordial para ajustar la calidad del recubrimiento en películas delgadas.

#### **2.2.4.4. Tensiones residuales y adhesión de la película**

Las tensiones residuales (internas) presentes en los recubrimientos son productos de la contribución de tres componentes principales, según su origen: La primera está asociada al desorden estructural o epitaxial entre la película y el sustrato; la segunda contribución corresponde a las tensiones intrínsecas del proceso de crecimiento, originadas por el efecto acumulativo de las fuerzas atómicas durante la deposición, debido a la ubicación de átomos desplazados de sus posiciones de equilibrio y la última es determinada por la tensión térmica producto de la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica de la película delgada y del sustrato. Las tensiones inducidas por el efecto térmico son de tracción cuando el coeficiente de expansión térmica del revestimiento es mayor que el del sustrato, y de compresión si ocurre lo contrario. El efecto de la componente intrínseca del proceso está estrechamente vinculado con la morfología de los recubrimientos, siendo el bombardeo iónico durante el crecimiento uno de los principales factores que provocan el desplazamiento de los átomos respecto a sus posiciones de equilibrio. Así también la presión de deposición y polarización influyen significativamente en la incorporación del argón, lo cual puede aumentar las tensiones internas. Las tensiones de compresión suelen ser beneficiosas si hay buena adhesión ya que éstas pueden mejorar la resistencia ante la fatiga (Gómez, 2005).

La adhesión de la película delgada puede ser de naturaleza mecánica y/o química. En el caso de la deposición por bombardeo iónico, esta técnica suele presentar una adhesión relativamente baja, lo que se atribuye principalmente a las altas tensiones internas generadas durante el proceso y a la baja resistencia de la interface, que

generalmente se forma de manera abrupta o con característica de pseudo-difusión. Esto se debe a que, durante el bombardeo, las temperaturas del sustrato permanecen relativamente bajas, lo que impide la formación de compuestos intermetálicos o la interdifusión significativa entre los elementos del sustrato y del recubrimiento. Por otro lado, cuando la densidad de nucleación es reducida, el crecimiento lateral de la película a partir de los núcleos iniciales favorece la aparición de poros en la región interfacial, disminuyendo así el área efectiva de contacto entre el recubrimiento y el sustrato. Cabe resaltar que el bombardeo iónico puede emplearse como una etapa de pretratamiento superficial del sustrato, en la cual la polarización inducida genera un plasma capaz de remover contaminantes residuales y capas de óxido superficiales. Este tratamiento previo favorece la formación de una interfase más limpia y estable, optimizando la energía de enlace y, por tanto, mejorando la calidad de la unión película-sustrato (Gómez, 2005).

## **2.3. Antecedentes de la investigación**

### **2.3.1. Antecedentes internacionales**

- 1) **Constantin et al., (2011).** Este trabajo titulado “Magnetron Sputtering Technique used for Coatings Deposition: Technologies and Applications”, fue publicado para la 7th International Conference on Materials Science and Engineering – BRAMAT 2011 Braşov, en Rumania. El objetivo de este trabajo es proporcionar detalles sobre la técnica de Magnetron Sputtering, orientados a obtener recubrimientos de alta calidad para aplicarlos en los diferentes sectores de la industria moderna; tales como, herramientas, equipos, electrónica, medicina, etc. Obteniendo la protección contra la corrosión, fatiga, desgaste y otros factores comunes. Con el fin de resaltar la mejora en su resistencia, eficiencia y propiedades específicas. En este

sentido, la técnica presenta un elevado potencial, tanto en la actualidad como a futuro, dentro del campo de la ingeniería de superficies.

- 2) **Abadias & Guerin, (2008).** Este trabajo titulado “In situ stress evolution during magnetron sputtering of transition metal nitride thin films”, fue publicado en la revista American Institute of Physics. El objetivo de estudio del trabajo se enfoca en la evolución de estrés temporal de crecimiento de recubrimientos de nitruros de metales de transición (TiN, ZrN y TiZrN) mediante la técnica de Magnetron Sputtering, presentándose gradientes de esfuerzo, dando así dos mecanismos de generación de tensiones que compiten cinéticamente, demostrando el efecto “*atomic peening*” que induce tensiones compresivas y la formación de vacíos que llevan a un régimen de tensiones con tracción predominante, con espesores mayores que el sustrato y cómo estos mecanismos dependen de parámetros del proceso como la presión, voltaje de sesgo y la composición química. Esto permite fabricar recubrimientos con menores tensiones residuales y mejorar su rendimiento y fiabilidad en las aplicaciones tecnológicas industriales.
- 3) **Anders et al., (2007).** Este trabajo titulado “High power impulse magnetron sputtering: Current-voltage-time characteristics indicate the onset of sustained self-sputtering”, fue publicado en la revista American Institute of Physics, en USA. El objetivo del trabajo primeramente es analizar la corriente, voltaje y la evolución de crecimiento a razón temporal durante el proceso de Sputtering por impulsos de alta potencia (HIPIMS), buscando identificar las condiciones bajo las cuales se establece un auto-sputtering sostenido, así mismo comprender cómo los diferentes materiales de los blancos (Cu, W, Ti, Al, Nb, etc.) influyen en el comportamiento de la

descarga y la transición de fases de sputtering impulsado por gases a fases dominadas por auto-sputtering. Finalmente, demostrar que las características de la descarga de HIPIMS no se pueden describir solo por curvas de voltaje y corriente, sino que es necesario incorporar la dimensión temporal para tener las dinámicas completas del proceso de recubrimiento. En particular, se define que la fase de auto-sputtering sostenida está involucrada con la generación de iones multiplicados (multiply charged ions) porque solo éstos pueden causar emisión potencial de electrones secundarios; en cambio, el rendimiento asociado con iones metálicos monocatónicos es muy pequeño.

- 4) **Baptista et al., (2018).** Este trabajo titulado “On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications”, fue publicado en la revista Elsevier, en Portugal. El objetivo principal de este trabajo es demostrar que los recubrimientos se utilizan comúnmente en herramientas debido a su alta dureza y resistencia al desgaste. Esta notable evolución tecnológica ha impulsado el desarrollo de dispositivos avanzados asociados con el software y al control de procesos. En este sentido, la revisión sobre la evolución de las técnicas de deposición de recubrimientos avanzados se centró en la Deposición Física de Vapor (PVD), en particular en la técnica de Pulverización Catódica por Magnetron Sputtering, la cual es capaz de producir superficies finas a bajas temperaturas, con propiedades mecánicas y tribológicas mejoradas, así como una buena adherencia en los sustratos.
- 5) **Chiu et al., (1999).** Este trabajo titulado “The control of film stress using ionised magnetron sputter deposition”, fue publicado en la revista



ELSEVIER, en UK. El objetivo principal de este trabajo, es la investigación y demostración de controlar de manera precisa el estrés intrínseco en películas delgadas depositadas mediante la técnica de magnetrón sputtering asistido por iones “*ionised magnetron sputter deposition*”, MSD, Específicamente, el trabajo busca analizar el impacto de variables como la densidad de flujo de iones “*ion flux*”, la energía de los iones incidentes, la fracción de ionización de las especies depositadas y la presión de operación sobre las tensiones de las películas delgadas, con el fin de lograr una modificación controlada del estrés de la película delgada, permitiendo su transición entre estados tensionales de tracción, compresión o neutralidad.

- 6) **Maréchal et al., (1994).** Este trabajo titulado “Silver thin films deposited by magnetron sputtering”, fue publicado en la revista Elsevier, en Francia. El objetivo de estudio de este trabajo se centra en la investigación del proceso de deposición de películas delgadas de plata utilizando un target de plata, alimentado por corriente continua y radiofrecuencia, además busca comparar las propiedades físicas de las películas delgadas depositadas con ambas características, específicamente en términos de estructura, tensiones residuales, morfología, dureza y resistividad eléctrica. También se analiza los parámetros del proceso como la potencia de sputtering, presión con argón y el voltaje de polarización en los sustratos que afectan significativamente las propiedades de las películas delgadas de plata.
- 7) **Pujada & Janssen, (2006).** Este trabajo titulado “Density, stress, hardness and reduced Young's modulus of W-C:H coatings”, fue publicado en la revista Elsevier, en Países Bajos. El objetivo de este trabajo es la investigación de la variación que presenta la densidad, tensión, dureza y el

módulo de Young, para comprender como diferentes parámetros de deposición, el flujo de acetileno y voltaje de sesgo del sustrato influyen en las propiedades mecánicas, estructurales y microestructurales en recubrimientos de W – C: H, con la finalidad de optimizar sus características para posibles aplicaciones industriales, mejorando sus propiedades de dureza, tensión interna y resistencia al desgaste que se presenta de manera continua.

**8) Pujada et al., (2007).** Este trabajo titulado “Stress in tungsten carbide-diamond like carbon multilayer coatings”, fue publicado en la revista American Institute of Physics, en Países Bajos. El objetivo central de este estudio científico es comprender y cuantificar la evolución del estrés interno en los recubrimientos de multicapas de tungsteno-carburo (WC) y diamante-like carbon (DLC) fabricados mediante magnetrón sputtering reactivo. El estudio del espesor de las capas (bilayer) y la interacción en las interfaces afectan dicho estrés, incluyendo la posible contribución del mezclado de capas y la formación de capas muy delgadas presentando concentraciones distintas de carbono y tungsteno, así también busca entender la relación entre estructura microestructural y la distribución del estrés, para optimizar las propiedades mecánicas y tribológicas de los recubrimientos.

**9) Pujada et al., (2008).** Este trabajo titulado “Hardness of and stress in tungsten carbide–diamond like carbon multilayer coatings”, fue publicado en la revista ELSEVIER, en Países Bajos. El objetivo de la investigación se centra en el estudio de la estructura y grosor de las capas de recubrimientos, dadas en multicapas de WC-DLC que afectan sus propiedades mecánicas,

específicamente la tensión compresiva y la dureza. Para ello, se evalúan los efectos del grosor de las bicapas sobre estas propiedades, analizando la microestructura y las interfaces mediante técnicas como TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión), relacionando estos hallazgos con el comportamiento mecánico de los revestimientos, con el fin de optimizar sus características para aplicaciones de la industria mecánica. Así, los resultados obtenidos identifican si las modificaciones en el método y control del gas de acetileno con la estructura de interfaces generan diferencias significativas en sus propiedades mecánicas, primordialmente en la tensión interna y la dureza, que presentarían una mayor resistencia al desgaste, entendiendo en profundidad cómo los parámetros de deposición y la microestructura a nivel nanoscópico influyen en la eficiencia final del recubrimiento.

**10) Vink et al., (1993).** Este trabajo titulado “Stress, strain, and microstructure in thin tungsten films deposited by DC magnetron sputtering”, fue publicado en la revista American Institute of Physics, en Países Bajos. El objetivo de estudio de este trabajo es investigar la relación entre la microestructura, la fase cristalina y el estado de tensión interna de las películas delgadas de tungsteno depositadas mediante magnetrón sputtering a corriente continua. Específicamente busca entender como varían las propiedades mecánicas y estructurales de las películas delgadas en función de la presión del gas de trabajo durante la deposición, identificando las fases cristalinas presentes y las alteraciones microestructurales relacionadas con los cambios en el estado de tensión interna, incluyendo la existencia de subcapas de tensiones opuestas y en las propiedades mecánicas mediante

técnicas complementarias como difracción de rayos X en incidencia y el método de curvatura del sustrato (*bending-beam technique*). Además, se analizan los mecanismos a nivel atómico que explican la formación de poros, relajación de tensiones y transición de estados de compresión a tracción, con la finalidad de entender mejor de cómo controlar los procesos para optimizar las propiedades mecánicas y estructurales de las películas de tungsteno en aplicaciones tecnológicas.

### **2.3.2. Antecedentes nacionales**

1) **Ponce et al., (2020).** Este trabajo titulado “Influence of the substrate bias on the stress in Ti-DLC films deposited by de magnetron”, fue publicado en la revista IOP Science, en Perú. El objetivo de este estudio es comprender cómo la variación del voltaje del bias negativo aplicado a la superficie del sustrato durante el proceso de deposición afecta a las propiedades mecánicas y químicas de las películas de Ti-DLC, particularmente en su tensión interna o estrés compresivo. Por ello, se analiza cómo estos cambios en la tensión interna de estas películas delgadas están relacionados con modificaciones en la composición química, como el aumento de titanio y la disminución en el contenido del carbono, así como la estructura interna de las películas delgadas, especialmente en la relación entre enlaces  $sp^2$  y  $sp^3$ . Al entender estas relaciones, el estudio busca optimizar los parámetros de deposición para obtener películas delgadas con propiedades deseables en aplicaciones industriales.

2) **Figuerola & Talledo, (2000).** Este trabajo titulado “Dureza de recubrimientos de TiVN y TiN sobre acero inoxidable AISI-316 y acero

rápido HSS”, fue publicado en la revista TECNIA, en Perú. El objetivo del trabajo es determinar la dureza de recubrimientos duros de TiN y TiVN depositados sobre aceros inoxidables AISI-316 y acero rápido HSS mediante la técnica de magnetron sputtering DC, y analizar cómo estos recubrimientos contribuyen a la dureza global del sistema (recubrimiento más sustrato). El trabajo busca evaluar el efecto de estos recubrimientos en la resistencia superficial de los sustratos, considerando además que el espesor promedio debe ser aproximadamente de 4.3  $\mu\text{m}$  alcanzado en un tiempo de deposición de 140 minutos aproximadamente. Las mediciones demostraron que el sistema recubierto presenta una dureza superior a la de un material con valores de 1100 y 2200  $\text{kg/mm}^2$ . Se utilizó un modelo previo, basado en la teoría de Johnson y Hogmark, para estimar la contribución del recubrimiento a la dureza compuesta, dado que ésta aumenta significativamente con respecto al sustrato sin recubrimiento. En resumen, el trabajo valida la efectividad de las deposiciones para así mejorar las propiedades mecánicas de las superficies tratadas, destacando la importancia de estos recubrimientos en aplicaciones donde se buscan y requieren mayor resistencia al desgaste en el trabajo continuo.

## **2.4. Hipótesis**

### **2.4.1. Hipótesis general**

Es posible sintetizar películas delgadas de tantalio por la técnica de Magnetron Sputtering.

Es posible caracterizar mecánicamente las películas delgadas de tantalio depositadas mediante la técnica de Magnetron Sputtering.

#### **2.4.2. Hipótesis específicas**

- a) Es posible estudiar el estrés como función del espesor en las películas delgadas de tántalo.
- b) Es posible hacer un estudio experimental de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal mediante la técnica de Nanoindentación en películas delgadas de tántalo.

## CAPÍTULO III: METODOLOGIA DE LA INVESTIGACIÓN

### 3.1. Localización política y geográfica



**Figura 3.1:** Ubicación geográfica de la ciudad de Lima de la República del Perú del continente sudamericano, acompañada de la Universidad Nacional de Ingeniería con la Facultad de Ciencias (<https://es.wikipedia.org>).

La Figura 3.1 muestra el lugar geográfico donde se realizó la investigación materia de esta tesis. El estudio experimental se llevó a cabo en la ciudad de Lima, más precisamente, en el Laboratorio de Sputtering de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería, la misma que se encuentra a una altitud de 101 msnm y está localizada bajo las coordenadas geográficas  $12^{\circ}02'47''\text{S}$  y  $77^{\circ}02'34''\text{O}$ .

### 3.2. Tipo y nivel de investigación

De acuerdo con la clasificación metodológica de Sampieri & Mendoza (2018), la presente investigación corresponde a una investigación de tipo experimental, ya que se manipularon de manera deliberada y controlada los parámetros de deposición de películas delgadas de tántalo mediante la técnica de Magnetron Sputtering, con el propósito de evaluar su influencia directa sobre variables dependientes como el estado del estrés, la dureza de indentación y la morfología superficial, estableciendo

relaciones causales bajo condiciones reproducibles de laboratorio. Asimismo, siguiendo la propuesta de Hurtado (2012), el trabajo se sitúa en un nivel integrativo dentro de la pirámide de investigación, dado que trasciende lo descriptivo y explicativo al articular tanto la fase de síntesis como la etapa de caracterización estructural y mecánica, permitiendo comprender no solo qué propiedades presentan las películas, sino también cómo se modifican en función de los parámetros experimentales y qué relaciones emergen entre espesor, estrés y microestructura. Esta integración metodológica garantiza una visión completa del sistema físico y sitúa la investigación en un nivel de mayor complejidad científica, con un potencial significativo de aplicación tecnológica.

### **3.3. Unidad de análisis**

De acuerdo con Sampieri y Mendoza (2018), la unidad de análisis corresponde al objeto específico sobre el cual se recolectan los datos de investigación, pudiendo ser individuos, objetos, organizaciones, procesos o fenómenos. En la presente tesis, la unidad de análisis está constituida por las películas delgadas de tántalo depositadas sobre sustratos de silicio mediante la técnica de Magnetron Sputtering, las cuales fueron sometidas a procesos de caracterización para cuantificar variables como el estrés, dureza de indentación y morfología superficial. Estas películas no solo representan el objeto experimental inmediato, sino también en un modelo físico-tecnológico que permite establecer relaciones entre los parámetros de deposición y las propiedades resultantes del material. De este modo, la unidad de análisis trasciende el simple recubrimiento y se configura como un sistema físico de interés aplicado en microelectrónica, aeroespacial, biomateriales y recubrimientos de alta exigencia, lo que refuerza la pertinencia científica y tecnológica del estudio.



### 3.4. Método experimental

En este trabajo de investigación se realizó la síntesis de películas delgadas de tantalito (Ta), utilizando la técnica de Magnetron Sputtering DC con voltaje negativo (bias). Las películas en cuestión fueron depositadas sobre sustratos de oblea de silicio (100) para producir recubrimientos eficientes, evitando los errores comunes en la deposición que afectan su calidad. Asimismo, se llevó a cabo un control riguroso de los parámetros de operación de cada componente del sistema, tales como la presión, el voltaje, la corriente y la temperatura, con el fin de garantizar la estabilidad del proceso y la calidad de las películas depositadas. También está involucrado el proceso de refrigeración, que es muy importante dentro de esta técnica, debido a las altas temperaturas producidas por el plasma dentro de la cámara de vacío.

Para la caracterización mecánica de películas delgadas se emplean diversas técnicas complementarias. La evolución del estrés como función del espesor de la película delgada se determinó a través de mediciones de curvatura de obleas de silicio, aplicando la ecuación de Stoney. La caracterización de la morfología superficial y la microestructura se llevó a cabo mediante la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), mientras que la dureza y la respuesta mecánica local se evaluaron por medio de ensayos de nanoindentación, analizando la variación de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal. Estas metodologías permitieron no solo cuantificar parámetros mecánicos y estructurales, sino también correlacionar la evolución de las tensiones residuales con la morfología y las propiedades intrínsecas del material. En conjunto, los resultados obtenidos aportan información esencial para comprender el comportamiento mecánico y estructural de las películas delgadas.

### **3.5. Técnicas experimentales**

En la presente sección se describen las técnicas experimentales que fueron útiles para la elaboración y caracterización mecánica de las películas delgadas. El sistema de Magnetron Sputtering DC con voltaje negativo (bias) es una técnica muy importante para esta tesis, que ha permitido producir satisfactoriamente películas delgadas de tantalito mediante deposiciones en sustratos monocristalinos de silicio. La técnica de Medición de Curvatura de Obleas de Silicio y la técnica de Nanoindentación son los pilares para determinar la caracterización mecánica y para el análisis morfológico se recurre a la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).

#### **3.5.1. Proceso de producción de recubrimientos de tantalito**

Para la síntesis de películas delgadas de tantalito mediante la técnica de Magnetron Sputtering, se estableció un procedimiento sistemático que incluye la preparación adecuada del sustrato, el control preciso de los parámetros de deposición y la obtención final de los recubrimientos de tantalito sobre obleas de silicio. Durante todo el proceso, la manipulación de los equipos se realizó de manera cuidadosa, utilizando apropiadamente los implementos de protección personal (EPP) correspondientes, a fin de evitar la contaminación del ambiente de trabajo y garantizar la reproducibilidad de los resultados, minimizando errores y factores externos que pudieran afectar la calidad de las películas obtenidas.

##### **3.5.1.1. Preparación del sustrato**

La importancia del sustrato para el estudio de películas delgadas viene a ser uno de los pilares fundamentales, debido a que va a ser el elemento u objeto clave en la afinidad de los recubrimientos depositados para su respectivo análisis. En el siguiente cuadro se muestra las características del sustrato:

Diámetro	2" $\pm$ 0.015"
Resistividad	5 – 10 Ohm-cm
Tipo	P/Boron: sustrato de silicio tipo <b>p</b> , dopado con boro (B)
Cristalografía	$\langle 100 \rangle$ : Orientación cristalográfica (100)
Espesor	254 – 304 $\mu\text{m}$

**Tabla 3.1:** Características principales del sustrato consistente en oblea de silicio (100).

Generalmente en sputtering, se suele usar obleas de silicio como sustrato (ver Figura 3.2) principalmente por las características principales que presenta para una adecuada deposición de película y para poder ser analizadas y estudiadas como se debe:



**Figura 3.2:** Obleas de Silicio de 2" (Facultad de Ciencias de la UNI).

Asimismo, es fundamental la limpieza del sustrato, asegurando que se encuentre libre de cualquier sustancia o compuesto proveniente del entorno. La finalidad de este procedimiento es evitar la aparición del proceso de migración de especies atómicas o moleculares, consideradas fenómenos no deseados, que pueden contaminar la película, originando estructuras porosas, amorfas o agrietadas. Por ello,

es necesario realizar una limpieza que garantice la correcta eliminación de impurezas siempre en cuando el sustrato haya estado en contacto o expuesto a contaminantes. En cambio, cuando los sustratos se manipulan directamente desde su envoltorio utilizando los EPPs de laboratorio correspondiente, generalmente no es necesario realizar la desinfección o limpieza.

Consecuentemente, se procede a medir la masa del sustrato empleando una balanza analítica (ver Figura 3.3), lo cual permite obtener valores con precisión decimal, que es indispensable para determinar de manera exacta la masa de deposición. Es importante que la balanza analítica se encuentre debidamente calibrada antes de cada medición para evitar errores. En el caso del equipo utilizado, la calibración se realiza con una masa patrón de 200 g, valor adecuado para garantizar la exactitud de las mediciones y prevenir daños en los sensores de la balanza.



**Figura 3.3:** *Balanza analítica calibrada (Facultad de Ciencias de la UNI).*

Posteriormente, se realiza la medición del radio de curvatura del sustrato sin la presencia de película, procedimiento para realizar la caracterización mecánica con la determinación del estrés de la película, objetivo específico de esta tesis de

investigación. Esta etapa también se realiza en condiciones controladas, empleando los respectivos equipos de protección, garantizando un ambiente libre de impurezas, con la finalidad de asegurar la validez y reproducibilidad de los resultados obtenidos.

### **3.5.1.2. Preparación del sistema sputtering**

Antes de iniciar el proceso de recubrimiento, es importante e indispensable realizar la verificación y validación de cada uno de los equipos que conforman todo el sistema sputtering. Este procedimiento implica la inspección minuciosa de todos los componentes, como las correctas conexiones eléctricas debidamente aisladas y/o cubiertas por espaguetis (termoaislantes), ajustes mecánicos en los componentes, fijación de la cámara de vacío, hasta el correcto montaje de la estructura del sistema de Magnetron Sputtering, donde la conexión del bias debe estar adecuadamente aislada evitando cambios indeseados de polaridad que puedan comprometer la calidad de los recubrimientos. Asimismo, las calibraciones se llevan a cabo en zonas de medición directa, tales como la presión, el voltaje, la corriente, la temperatura y el voltaje bias, asegurando así un control preciso de los parámetros operativos y un proceso de recubrimiento eficiente. Adicionalmente, el sistema integra un subsistema de enfriamiento, cuya función es disipar el calor generado durante toda la operación de recubrimiento, evitando el sobrecalentamiento de los magnetrones y garantizando la estabilidad térmica del proceso de deposición.

Como se conoce, el sistema sputtering está constituido por diversos componentes, cada una de las cuales se somete a un procedimiento de limpieza exhaustiva, para garantizar condiciones óptimas de deposición. La limpieza se realiza mediante un baño en alcohol isopropílico de 90°, aplicado durante aproximadamente de 10 minutos en un equipo de ultrasonido, lo que permite la eliminación eficiente de contaminantes y partículas residuales, asegurando la remoción de materiales extraños,

como fibras, pelos o algodón que puedan quedar adheridos al magnetrón u otros componentes del sistema. Todo el procedimiento debe llevarse a cabo cuidadosamente, evitando daños estructurales del ensamble del equipo y minimizando la inserción de impurezas en las películas depositadas (ver Figura 3.4).

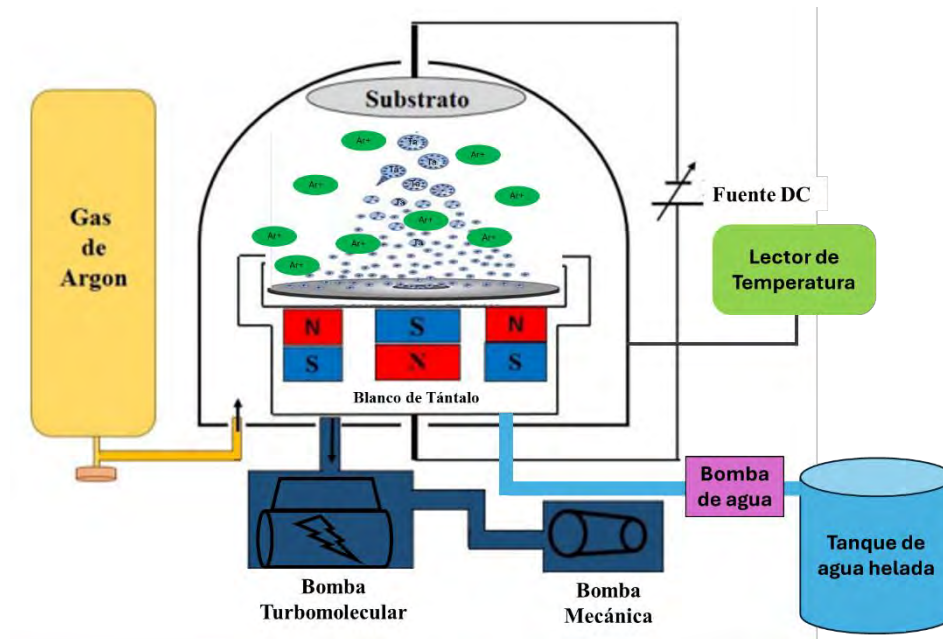


**Figura 3.4:** Vista fotográfica del sistema magnetrón sputtering con la cámara de vacío descubierta.

#### **3.5.1.3. Proceso de elaboración de películas delgadas de tántalo**

Las películas delgadas de tántalo fueron producidas por la técnica de Magnetron Sputtering. En la Figura 3.5 se muestra un esquema para el proceso de elaboración de películas delgadas de tántalo, realizado aplicando una corriente de 400 mA al cátodo (polo negativo) en un sistema de corriente directa (DC), empleando un blanco de tántalo de 4.5" de diámetro, bajo una atmosfera de plasma de argón. Las películas fueron depositadas sobre obleas de silicio de una red cristalina (100) de 2". Todas las películas delgadas de tántalo fueron depositadas en intervalos de tiempo controlados, siguiendo una secuencia periódica decreciente de 60, 50, 40, 30, 20, 10, 5, 3.5, 2, 1.5 minutos. Esta variación en los tiempos de deposición tiene la finalidad de

obtener películas con diferentes espesores, permitiendo evaluar la influencia del tiempo de exposición al plasma sobre las propiedades físicas, mecánicas, estructurales y morfológicas.

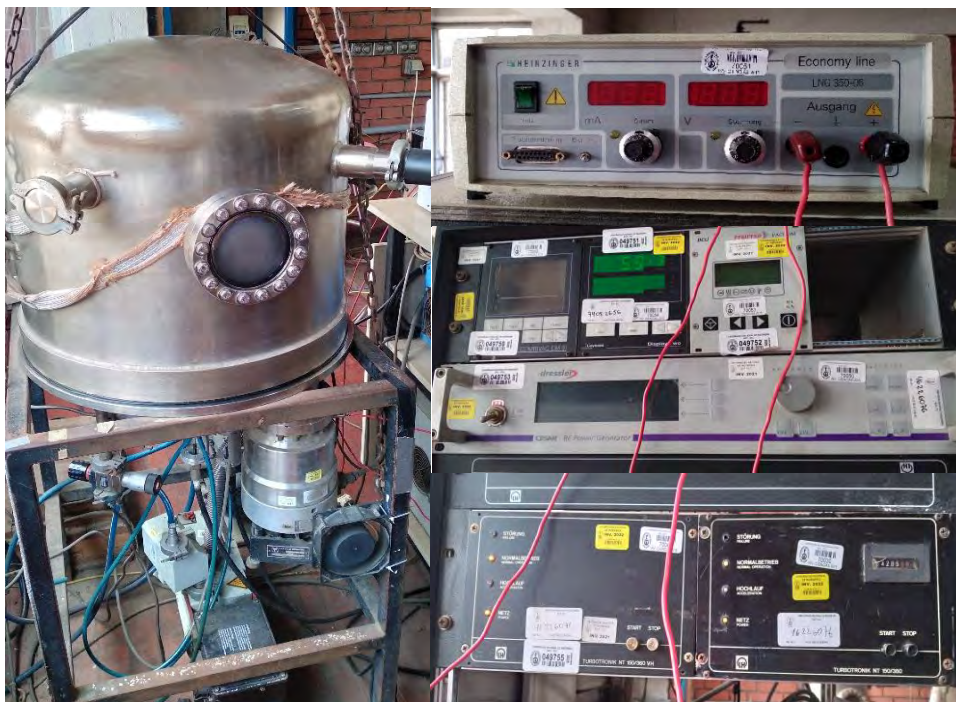


**Figura 3.5:** Representación esquemática del proceso de deposición de películas delgadas de tantalio sobre sustratos consistentes en obleas de silicio.

El equipo usado para el proceso sputtering (ver Figura 3.6), consta de una cámara de vacío de aproximadamente de 50 cm de diámetro y 50 cm de altura, equipo que corresponde a una versión modificada del sistema UNIVEX 300. Asimismo, la evacuación del aire dentro de la cámara de vacío es realizada por una bomba mecánica de 10 m<sup>3</sup>/h, y una bomba turbomolecular de Pfeiffer Vacuum que reduce aún más la presión interna dentro de la cámara de 10<sup>-3</sup> a 10<sup>-9</sup> mbar. La medición de la presión en el sistema se realiza mediante un vacuómetro compacto, equipado con un sensor tipo Pirani que puede registrar presiones de 10<sup>-3</sup> mbar, y un manómetro tipo Penning, dando lecturas en el rango comprendido entre 10<sup>-3</sup> mbar a 10<sup>-9</sup> mbar, equipo de la compañía Leybold Vacuum. Además, se implementó la aplicación de un voltaje negativo de polarización (bias) de - 100 V, empleando una fuente de alimentación de la marca



Heinzinger. En el contorno de la cámara de vacío se dispone de una faja calefactora que incrementa la temperatura durante el proceso y dentro de ella también las hornillas eléctricas en forma de espiral que se encuentran en el plato porta muestras del sistema, trabajando a temperaturas de 200 °C para todas las deposiciones de películas delgadas de tántalo. Para su medición y control se emplea una termocupla tipo K (Cromel–Alumel), acoplada a un controlador digital PID que regula de manera precisa las condiciones térmicas a las cuales se está realizando la deposición.



**Figura 3.6:** Vista fotográfica del sistema sputtering (Laboratorio de Sputtering, Facultad de Ciencias de la UNI).

Durante la deposición, el sistema de Magnetron Sputtering incorpora un subsistema esencial de control térmico, encargado del proceso de enfriamiento. Este se lleva a cabo mediante una bomba de agua que regula tanto el ingreso como la salida del fluido, garantizando así una refrigeración adecuada en toda la producción de la película delgada de tántalo.



Lo más importante para este proceso es la implementación del magnetrón, sobre el cual estará colocado el blanco de tántalo destinado a la deposición. Éste debe colocarse a una distancia máxima de 10 cm respecto al sustrato, manteniendo una orientación paralela a la superficie de la oblea de silicio, la cual se encuentra montada sobre un platillo portamuestras en el interior de la cámara de vacío (ver Figura 3.7). Esta configuración garantiza una distribución homogénea del flujo de átomos y una adecuada uniformidad en el espesor de la película depositada.



**Figura 3.7:** Vista fotográfica del plato porta sustrato distanciado aproximadamente a un máximo de 10 cm del blanco de tántalo ubicado sobre el magnetrón.

El proceso completo de preparación para la deposición de las películas delgadas de tántalo se requiere un tiempo aproximado de un día y medio. Este proceso completo incluye la preparación previa del sustrato antes de la deposición; el sustrato es sometido a un tratamiento inicial en la cámara de vacío bajo los siguientes parámetros: una presión en el rango de  $10^{-6}$  a  $10^{-8}$  mbar, alcanzada mediante con una bomba mecánica en conjunto con una bomba turbomolecular. El sistema se mantiene a temperaturas entre 295 °C a 305 °C durante en máximo de dos horas continuas, acompañado de un

subsistema de refrigeración para estabilizar el proceso. Posteriormente, se destina aproximadamente una hora adicional para el enfriamiento y apagado controlado del equipo. Este procedimiento garantiza que el sustrato quede libre de impurezas y contaminantes, lo cual favorece la eficiencia y la calidad de los recubrimientos de tántalo sobre el sustrato.

Al día siguiente, se prepara anticipadamente el sistema de enfriamiento, se enciende la bomba mecánica hasta alcanzar una presión aproximada de  $10^{-3}$  mbar. A continuación, se activa la bomba turbomolecular para reducir la presión hasta valores de  $10^{-6}$  mbar. El sistema se estabiliza a una temperatura de 200 °C durante un aproximado de 2 horas, conectado simultáneamente al suministro de argón (Ar) y a la polarización (bias).

Posteriormente, se lleva a cabo la etapa de pre-sputtering, en la cual la muestra es purificada utilizando el magnetrón con target de tántalo durante 2 minutos, a una corriente de 400 mA. Tras un tiempo de espera de 5 minutos, se inicia el proceso de pulverización iónica y atómica del target para ser depositadas al sustrato, con una duración de 60 minutos y una corriente continua de 400 mA. Los recubrimientos se realizan de manera periódica, disminuyendo progresivamente el tiempo de pulverización hasta llegar a 1.5 minutos, con el objetivo de asegurar una deposición uniforme sobre el sustrato.

Una vez concluido el tiempo de deposición, el sistema de sputtering se apaga de manera gradual con el fin de evitar daños en la película depositada sobre el sustrato. El procedimiento inicia con el cierre del suministro de argón a la cámara, seguido por el apagado controlado de los sistemas de presión y temperatura, permitiendo así el enfriamiento del conjunto del sistema. Cuando la presión alcanza a valores del orden

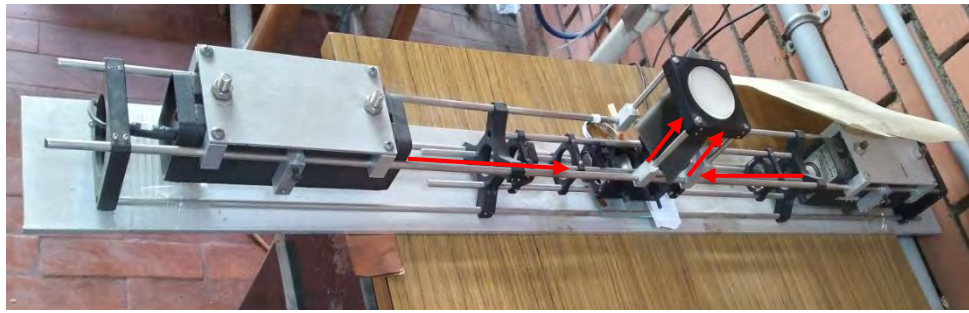
de  $10^{-2}$  mbar, se detiene por completo la bomba mecánica. Finalmente, se abre la válvula de escape para liberar los gases residuales de la cámara de vacío, obteniéndose de este modo, el sustrato recubierto con la película delgada de tántalo.

Al finalizar con todo el proceso de deposición, el sustrato recubierto es sometido a la medición de su masa, y la evaluación de curvatura de obleas de silicio mediante el método propuesto por Stoney, visto anteriormente, con el propósito de obtener los datos experimentales necesarios para su análisis correspondiente.

#### **3.5.1.4. Proceso de caracterización mecánica de las películas delgadas**

El proceso de caracterización mecánica de las películas delgadas de tántalo implica muchas acciones a considerar, debido a que las películas producidas tienen un alto impacto en su estudio y aplicación; por esa razón, cada toma de medidas debe ser realizada con mucho cuidado, para evitar imperfecciones que invaliden los estudios posteriores.

En primer lugar, el estudio del estrés de la película delgada se inicia con la calibración del equipo, que se realiza mediante dos haces de luz que deben estar distanciados entre sí por 30 mm en la pantalla de exposición. Se prosigue con la medición de la masa y la curvatura de la oblea de silicio, desde su estado puro, antes de realizar el proceso de recubrimiento; después de ello también se realiza la misma medición de la masa y la curvatura de la oblea de silicio, pero en este caso el sustrato debe estar recubierto por la película de tántalo, como ya se describió anteriormente. El equipo utilizado consta de dos haces de luz láser de neón–argón que están nivelados y fijados sobre un marco de acero, acompañados de los lentes ópticos que sirven para medir el haz de luz reflejada de la muestra, como se ilustra en la Figura 3.8.



**Figura 3.8:** Vista fotográfica del equipo para realizar la medición de la curvatura de oblea de silicio (Laboratorio de Sputtering, Facultad de Ciencias de la UNI).

Asimismo, para las otras caracterizaciones fue necesario conservar todas las muestras depositadas, ya que resultan fundamentales tanto para el análisis morfológico mediante la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) como para la determinación de la dureza a través de la técnica de nanoindentación, ambas esenciales en este tipo de investigación. Estas mediciones fueron realizadas en el laboratorio TEKNIKER (España).

En el caso del análisis por SEM, las muestras fueron cuidadosamente recortadas, seleccionándose la región central de las obleas depositadas para su evaluación. Posteriormente, se llevó a cabo la medición de la dureza mediante Nanoindentación, técnica en la que la respuesta se obtiene a partir de la relación entre la carga aplicada por el indentador y el desplazamiento normal generado. Los resultados se procesaron y analizaron a partir de las curvas carga-desplazamiento obtenidas en los ensayos.

### **3.6. Técnicas de caracterización mecánica**

#### **3.6.1. Evolución del espesor de la película en función del tiempo de deposición**

La evolución del espesor de la película en función del tiempo de deposición se analizó a partir de los valores obtenidos mediante la aplicación de la fórmula correspondiente al cálculo del espesor de la película depositada. Con los datos

resultantes, se construyó la gráfica espesor–tiempo, lo que permitió determinar la tasa de crecimiento de la película. A partir de la pendiente de dicha curva se puede obtener la velocidad de deposición, expresada en  $nm/min$ , la cual constituye un parámetro fundamental para correlacionar las condiciones de sputtering con la cinética de formación de la película delgada.

La expresión para este cálculo del espesor de la película sobre obleas de silicio  $t$  (thickness) es la siguiente:

$$t = \frac{m_f - m_o}{\rho A} \text{ (nm)} \quad (16)$$

donde:

$m_o$ : Masa inicial (solo sustrato) de la oblea de silicio ( $g$ )

$m_f$ : Masa final (con película) de la oblea de silicio ( $g$ )

$\rho$ : Densidad del material a depositar o de la película ( $g/cm^3$ )

$A$ : Área de la oblea de silicio ( $m^2$ )

Se utilizarán los siguientes datos para determinar el espesor de las películas delgadas de tántalo, parámetro fundamental para esta investigación: La densidad del tántalo ( $16.65 g/cm^3$ ) y el radio de las obleas de silicio ( $2.54 cm$ ), lo que permite calcular un área de  $20.27 cm^2$ . Para todas las películas depositadas se empleará la fórmula reducida correspondiente, que relaciona las mediciones experimentales con el espesor de la capa depositada, garantizando un análisis consistente y preciso de los resultados.

$$t = \frac{m_f - m_o}{337.48} \text{ (nm)} \quad (17)$$

donde:

$m_o$ : Masa inicial (solo sustrato) de la oblea de silicio ( $g$ )

$m_f$ : Masa final (con película) de la oblea de silicio ( $g$ )

### 3.6.2. Análisis del estrés en función del espesor de películas delgadas de tántalo

Como se muestra en la ecuación de Stoney, Ecuación (5), el estrés residual en las películas delgadas de tántalo se calcula a partir de la diferencia de curvaturas del sustrato antes y después de la deposición, considerando las propiedades mecánicas del sustrato.

Las mediciones de curvatura se realizaron utilizando un sistema especializado de medición de obleas, permitiendo obtener datos precisos sobre la deformación inducida por las películas depositadas. Los valores calculados de estrés se analizaron en función del espesor de la película, lo que permitió identificar la evolución del estrés con el tiempo de deposición y la evaluación de influencia en las condiciones experimentales de sputtering sobre la estabilidad mecánica de los recubrimientos.

Además, los datos obtenidos fueron representados gráficamente y comparados para diferentes películas y tiempos de deposición, permitiendo detectar tendencias de tensión o compresión y facilitando a la determinación de la correlación con la microestructura y morfología entre los parámetros de deposición y las propiedades mecánicas de las películas delgadas de tántalo, información clave para optimizar el proceso y garantizar recubrimientos de alta calidad.

Consecuentemente, la ecuación de Stoney se expresa, otra vez, como:

$$\sigma = \frac{1}{6} \left( \frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \frac{E_s t_s^2}{(1 - \nu_s) t_f} \quad (5)$$

donde:

$R_1$ : Radio de curvatura de la oblea antes de la deposición

$R_2$ : Radio de curvatura de la oblea después de la deposición

$E_s$  &  $\nu_s$ : Modulo de Young y coeficiente de Poisson (razón de la deformación transversal a la deformación longitudinal), respectivamente, del sustrato de silicio (100)

$t_s$  &  $t_f$ : Espesor del sustrato y espesor de la película, respectivamente

La evaluación de la Ecuación (5), empieza con la determinación de la diferencia de curvaturas; es decir:

$$\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \quad (18)$$

Los radios de curvatura  $R_1$  y  $R_2$ , se calculan a partir de la medición de la distancia entre los dos haces proyectados en la pantalla, la misma que está ubicada a 3.46 m del sistema de medición. La calibración de estos haces se efectuó aproximadamente a 30 mm sin la presencia del sustrato. En consecuencia, la curvatura viene expresa por:

$$\frac{1}{R} = \frac{d_2 - d_1}{2d_h d_p} \quad (1/m) \quad (19)$$

donde:

$d_1$  : Distancia entre los haces proyectados en la pantalla, sin sustrato ( $m$ )

$d_2$  : Distancia entre los haces proyectados en la pantalla, con sustrato ( $m$ )

$d_h$  : Distancia de calibración entre los haces ( $30 \text{ mm}$ )

$d_p$  : Distancia entre el sistema de medición y la pantalla sobre la que se proyectan los haces ( $3.46 \text{ m}$ )

De manera análoga, el procedimiento se aplica al caso en que los sustratos están recubiertos. En este caso,  $d_2$  será la distancia entre los haces proyectados en la pantalla, con el sustrato recubierto. De este modo, se podrá determinar  $1/R_2$ . Todas las

mediciones hechas para los sustratos recubiertos se realizaron a 90° con respecto a la posición fijada del equipo de medición la cual es proyectada a la pantalla.

La ecuación de Stoney para determinar el estrés de las películas delgadas de tántalo sobre sustratos de silicio (100), puede expresarse más específicamente considerando los valores conocidos de las propiedades del sustrato: Módulo de Young  $E_s \approx 130 - 180$  GPa, coeficiente de Poisson  $\nu_s \approx 0.28$  y el espesor  $t_s \approx 300 \mu m$ . La ecuación de Stoney, entonces toma la forma:

$$\sigma = \frac{(1.805 \times 10^{11})(3 \times 10^{-4})^2}{6} \left( \frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \frac{1}{t_f} \quad (20)$$

donde:

$R_1$ : Radio de curvatura de la oblea antes de la deposición

$R_2$ : Radio de curvatura de la oblea después de la deposición

$t_f$ : Espesor de la película

Esta expresión permite calcular el estrés en todas las películas delgadas de tántalo, proporcionando los datos necesarios para el análisis mecánico correspondiente.

### 3.6.3. Estudio de la dureza en películas por la técnica de nanoindentación

La caracterización mecánica de las películas delgadas de tántalo se complementó con el estudio de la dureza, el cual se realizó mediante la técnica de nanoindentación instrumental. Esta técnica permite evaluar la respuesta del material frente a una carga controlada aplicada con un indentador de geometría piramidal. A partir de las curvas carga–desplazamiento obtenidas experimentalmente, se determinó la dureza de indentación (H) en función del desplazamiento normal del indentador. Este estudio permitió correlacionar la resistencia mecánica local de la película con la profundidad de penetración del índente, identificando de este modo posibles



variaciones en la dureza asociadas al espesor de la película, a la microestructura generada durante el proceso de sputtering, así como a la calidad de la interfaz entre la película y el sustrato. En efecto, la representación gráfica de la dureza en función del desplazamiento normal facilita la interpretación de los resultados y el reconocimiento de tendencias en el comportamiento mecánico de las películas depositadas.

#### **3.6.4. Caracterización morfológica mediante microscopia electrónica de barrido**

La Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) se utilizó como técnica complementaria para examinar la morfología superficial de las películas delgadas de tántalo. La imagen se obtuvo empleando un microscopio de alta resolución con un voltaje de aceleración de 2 kV, utilizando un detector de electrones secundarios para resaltar la topografía de la superficie.

El análisis morfológico permitió observar la homogeneidad del recubrimiento y la distribución de la microestructura formada durante el proceso de sputtering. A pesar de que se dispone únicamente de una micrografía representativa, ésta resulta suficiente para identificar características clave como la uniformidad de la película, la posible presencia de defectos superficiales y la tendencia a la formación de granos.

La información obtenida mediante SEM complementa los resultados mecánicos derivados de las técnicas de curvatura y nanoindentación, ya que permite establecer una correlación preliminar entre la morfología superficial, la calidad estructural de las películas y las propiedades de dureza y el estrés. En este sentido, el uso de SEM contribuye a una mejor interpretación de los mecanismos de crecimiento y estabilidad de los revestimientos delgados de tántalo.

## CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Resultados obtenidos

El procesamiento de los resultados constituye una etapa esencial en la presente investigación, ya que permite transformar los datos experimentales en información cuantitativa útil para la comprensión de las propiedades mecánicas y estructurales de las películas delgadas de tántalo depositadas sobre obleas de silicio (100).

En primer lugar, los valores obtenidos experimentalmente fueron tratados mediante un proceso de depuración y estandarización, asegurando la coherencia de las mediciones en condiciones de repetibilidad y confiabilidad. Las variables experimentales, tales como presión de trabajo, potencia de sputtering y tiempo de deposición, fueron sistemáticamente registradas y asociadas con los parámetros resultantes (espesor, estrés, dureza y morfología).

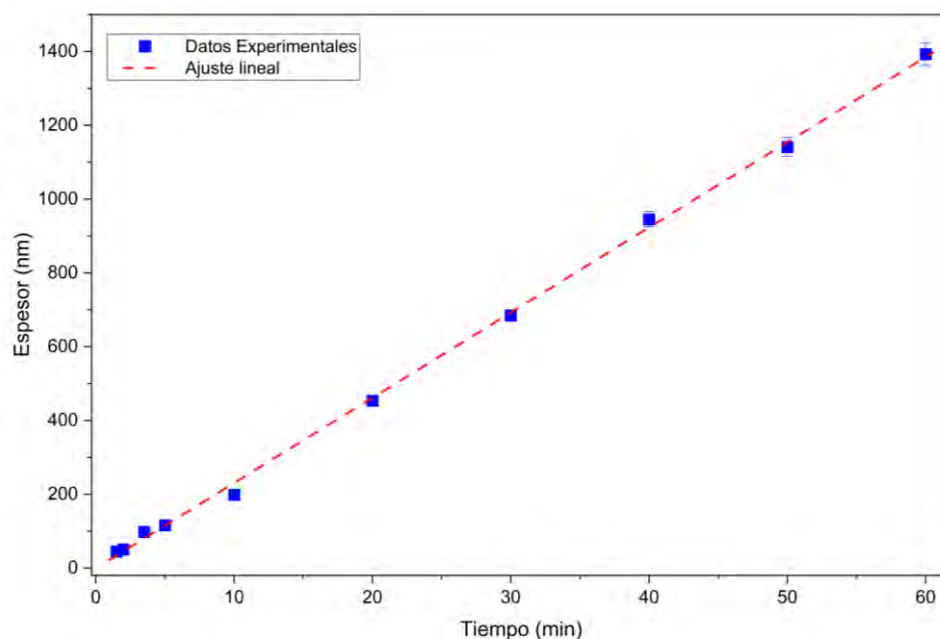
#### 4.1.1. Evolución del espesor como función del tiempo de deposición

La Tabla 4.1, muestra los datos experimentales del control de tiempo de deposición, fundamental para comprender la evolución del espesor de las películas delgadas de tántalo. Cabe mencionar que el espesor se determinó indirectamente haciendo uso de la Ecuación reducida (17).

TIEMPO (min)	ESPESOR (nm)
60	1392.7280200
50	1140.8517000
40	945.2771050
30	684.5110100
20	453.3774200
10	198.5378250
5	116.0600000
3.5	97.7872867
2	50.3752689
1.5	44.4487667

**Tabla 4.1:** *Crecimiento de la película en función del tiempo.*

A partir de los datos experimentales, se elaboró la gráfica (ver Figura 4.1), donde se muestra la relación lineal entre el tiempo de deposición y el espesor de las películas de tántalo.



**Figura 4.1:** *Espesor de la película de tántalo como función del tiempo de deposición.*

El gráfico muestra una relación lineal directa, lo que indica una tasa de crecimiento constante del recubrimiento durante el proceso de sputtering, lo que confirma la uniformidad en la eyección de átomos desde el blanco de tántalo. Esto se debe a que los parámetros de potencia y presión fueron controlados adecuadamente, evitando la variación en la densidad iónica del plasma y, por ende, en el flujo de partículas incidentes sobre el sustrato.

Este comportamiento observado concuerda con el modelo clásico de crecimiento en películas metálicas depositadas por sputtering, donde el espesor depende directamente del flujo de átomos eyectados y del tiempo de deposición. En este sentido, la pendiente de la curva obtenida representa la tasa de deposición efectiva, la cual se mantiene prácticamente constante en los diferentes ensayos realizados. Este

resultado evidencia que el sistema de deposición operó en condiciones de equilibrio dinámico entre la generación de especies atómicas y su llegada hacia el sustrato, garantizando una reproducibilidad adecuada en la formación de las películas.

Por otro lado, se observó que, para tiempos de deposición más prolongados, la película presenta un mayor espesor aparente, atribuida al incremento del número de colisiones atómicas sobre la superficie y a una coalescencia progresiva de las islas iniciales. Este fenómeno favorece la formación de una estructura más compacta a medida que el crecimiento avanza, sin alterar significativamente la tasa global de deposición.

Así, el proceso de formación del recubrimiento puede describirse como una nucleación homogénea inicial, seguida por una etapa de crecimiento columnar que se consolida conforme aumenta el tiempo de exposición, en concordancia con lo reportado para metales refractarios como el tántalo depositado a bajas temperaturas del sustrato.

#### **4.1.2. Estrés como función del espesor en películas delgadas de tántalo**

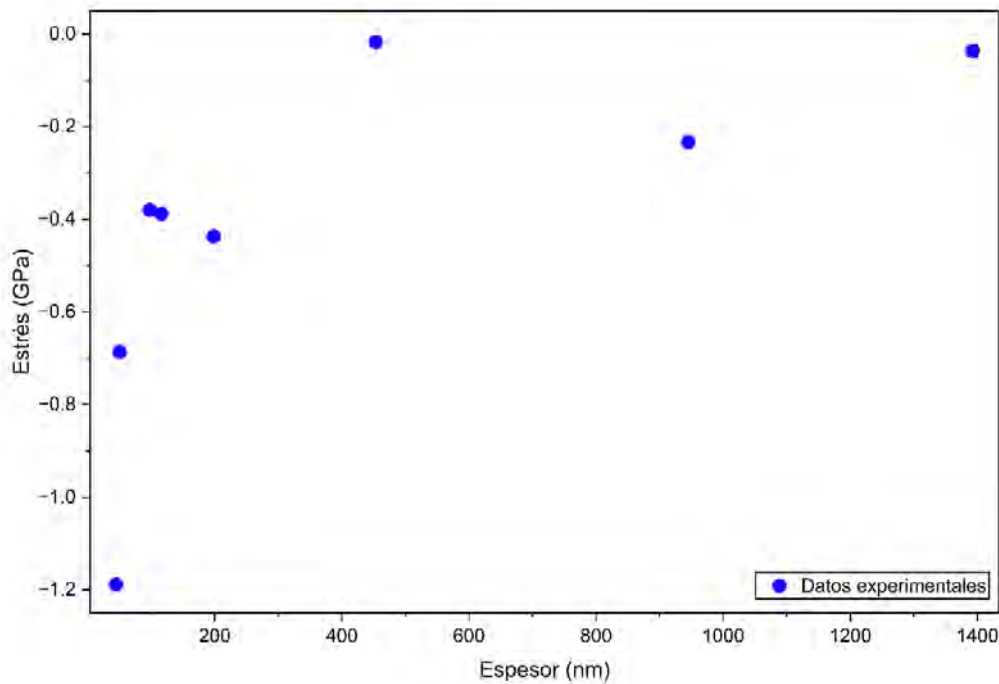
En la Tabla 4.2 se presentan los valores del estrés calculados a partir de las mediciones de curvatura con la aplicación de la Ecuación de Stoney reducida (20).

TIEMPO (min)	ESPEJOR (nm)	ESTRÉS (GPa)
60	1392.7280200	-0.036520727
40	945.2771050	-0.233167857
20	453.3774200	-0.016540517
10	198.5378250	-0.436837087
5	116.0600000	-0.387683792
3.5	97.7872867	-0.380104998
2	50.3752689	-0.686071869
1.5	44.4487667	-1.188328256

**Tabla 4.2:** *El estrés como función del espesor de la película delgada de tántalo.*

A partir de los datos mostrados en la Tabla 4.2, se obtiene la gráfica mostrada

en la Figura 4.2, donde se presenta la variación del estrés ( $\sigma$ ) como función del espesor del recubrimiento. Los valores negativos de estrés obtenidos corresponden a un estado compresivo, lo que indica que la película se encuentra sometida a fuerzas internas de compresión, originadas por la densificación atómica inducida durante el proceso de deposición por Magnetron Sputtering.



**Figura 4.2:** Representación grafica del estrés como función del espesor.

El estrés compresivo que se observa en la Figura 4.2 surge como consecuencia directa de los mecanismos físicos intrínsecos al proceso de Magnetron Sputtering, donde los átomos de tántalo son eyectados con energías cinéticas elevadas hacia el sustrato, generando así una densificación atómica progresiva y una acumulación de tensiones internas. Dicho fenómeno induce un empaquetamiento forzado de los átomos dentro de la red cristalina en crecimiento, lo que origina tensiones residuales compresivas a nivel microestructural. Estas tensiones se intensifican en las películas de menor espesor, alcanzando su máximo en 44.45 nm con un valor de -1.188 GPa, donde el confinamiento atómico y la relajación limitada del estrés favorecen una mayor

compresión interna.

El incremento del espesor produce una ligera reducción de la magnitud compresiva, lo que sugiere un proceso parcial de relajación estructural conforme la película crece. Sin embargo, incluso en las muestras más gruesas (1392 nm), el esfuerzo se mantiene negativo (-0.036 GPa), indicando que el sistema no alcanza un estado tensivo. Este resultado confirma la predominancia del estrés compresivo de naturaleza intrínseca, coherente con lo reportado en la literatura (Saha et al., 1997) para metales refractarios caracterizados por su alto punto de fusión y elevada resistencia a la corrosión, depositados mediante sputtering bajo condiciones de alta energía de bombardeo y limitada movilidad superficial del sustrato, las cuales favorecen una elevada densificación atómica y la acumulación de tensiones compresivas.

En términos físicos, el estado compresivo observado implica que la película ejerce una presión interna hacia el sustrato, generando una compresión local en la interfaz. Este tipo de tensión suele mejorar la adhesión y la cohesión interna del recubrimiento, parámetros esenciales para diversas aplicaciones.

#### **4.1.2.1. Determinación de una fórmula empírica para la relación entre el estrés y el espesor en películas delgadas de tántalo**

Para determinar la ecuación empírica conocemos la siguiente expresión matemática:

$$A = k \left( 1 - e^{-\frac{1}{B}} \right) \quad (21)$$

donde:

A, representa al estrés de la película de tántalo (GPa)

B, representa al espesor de la película de tántalo (nm)

$k$ : Parámetro de ajuste que controla la magnitud del estrés que ocurre en la película conforme el espesor de ésta tiende a valores grandes.

Como indican (Montgomery et al., 2012) se utilizan las ecuaciones establecidas en su libro, para el desarrollo de la ecuación empírica.

- **Formulación del ajuste de tendencia**

Para cada uno de los puntos experimentales  $(A_i, B_i)$ , definimos la función de la siguiente forma:

$$f(B_i) = 1 - e^{-\frac{1}{B_i}} \quad (22)$$

Sustituyendo la Ecuación (22) en la Ecuación (21), se obtiene la siguiente expresión:

$$A_i = k \cdot f(B_i) + \varepsilon_i \quad (23)$$

donde:

$\varepsilon_i$ : Componente de error aleatorio

El estimador ( $\hat{k}$ ) obtenido mediante la técnica de mínimos cuadrados no lineales tiene formula cerrada; por lo que es innecesario aplicar métodos de optimización iterativa, en este caso,  $\hat{k}$  viene expresada por:

$$\hat{k} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i f(B_i)}{\sum_{i=1}^n f(B_i)^2} \quad (24)$$

- **Cálculo numérico**

A partir de la Tabla (4.2), se calcula para cada espesor  $(B_i)$ , con la Ecuación (22).

Por tanto, se obtienen las predicciones y residuos con las siguientes expresiones:

$$A_{pred,i} = \hat{k}f(B_i) \quad (25)$$

$$r_i = A_i - A_{pred,i} \quad (26)$$

donde:

$r_i$ : Residuo

**Determinamos las métricas:**

**a) Suma de residuos al cuadrado ( $SS_{Res}$ ):**

$$SS_{Res} = \sum_i r_i^2 \quad (27)$$

**b) Cuadrado medio residual ( $MS_{Res}$ ):**

$$MS_{Res} = \frac{SS_{Res}}{n - p} \quad (28)$$

donde:

$n$ : Número de pares de datos ( $Espesor_i, Estrés_i$ ) de la Tabla 4.2

$p$ : Número de parámetros ajustados

**c) Coeficiente de determinación ( $R^2$ ):**

$$R^2 = 1 - \frac{SS_{Res}}{\sum_i (A_i - \bar{A})^2} \quad (29)$$

donde:

$\bar{A}$ : Valor medio de datos del estrés

**d) Error estándar (SE) de  $\hat{k}$ :**



Para determinar el error estándar, la varianza del estimador (asumiendo residuos con varianza constante) se determina por la siguiente formula:

$$Var(\hat{k}) = \frac{SE^2}{\sum_i f(B_i)^2} \quad (30)$$

Donde el error estándar, se expresa de la siguiente forma:

$$SE(\hat{k}) = \sqrt{\frac{SS_{Res}/(n-1)}{\sum_i f(B_i)^2}} \quad (31)$$

- **Resultados numéricos**

Los términos de la Ecuación (24), quedan desarrollados de la siguiente manera:

$$\sum_{i=1}^n A_i f(B_i) = -0.049618431 \quad (32)$$

$$\sum_{i=1}^n f(B_i)^2 = 0.001090088 \quad (33)$$

Entonces el estimador  $\hat{k}$  resulta:

$$\hat{k} = -45.51780394 \text{ GPa}$$

En adelante, solo se usará  $k$  para referirse al valor estimado  $\hat{k}$ :

$$k = -45.52 \text{ GPa}$$

Completamos el cálculo de las métricas, determinando los errores en la siguiente forma:

$$SS_{Res} = 0.165876414$$

$$MS_{Res} = 0.023696631 \text{ GPa}^2$$

$$R^2 = 0.835567417$$

$$SE(\hat{k}) = 4.662431195 \text{ GPa}$$

La fórmula empírica consecuentemente queda expresada como sigue:

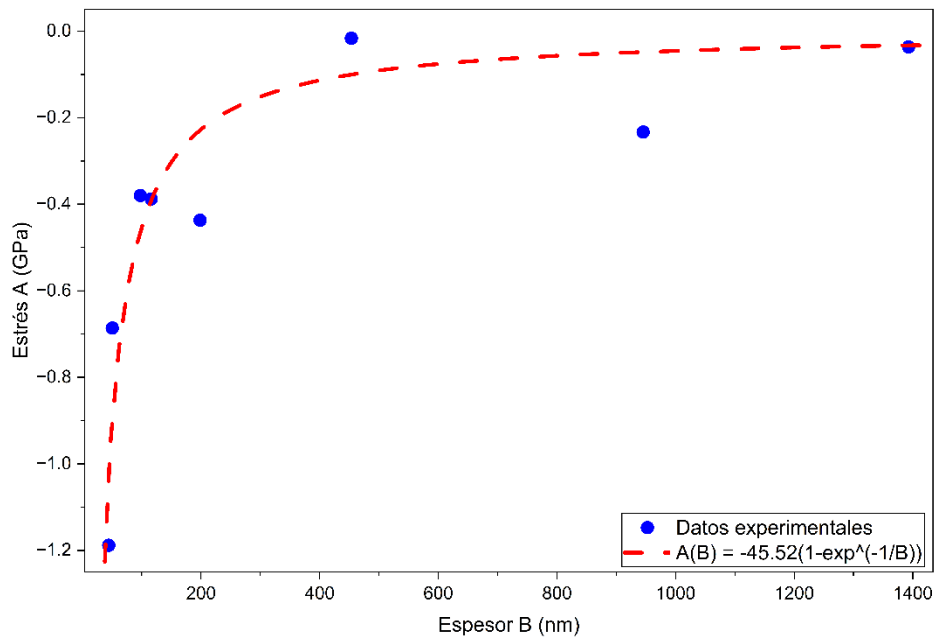
$$A(B) = -45.52 \left( 1 - e^{-\frac{1}{B}} \right) \quad (34)$$

donde:

A, representa al estrés de la película de tántalo (GPa)

B, representa al espesor de la película de tántalo (nm)

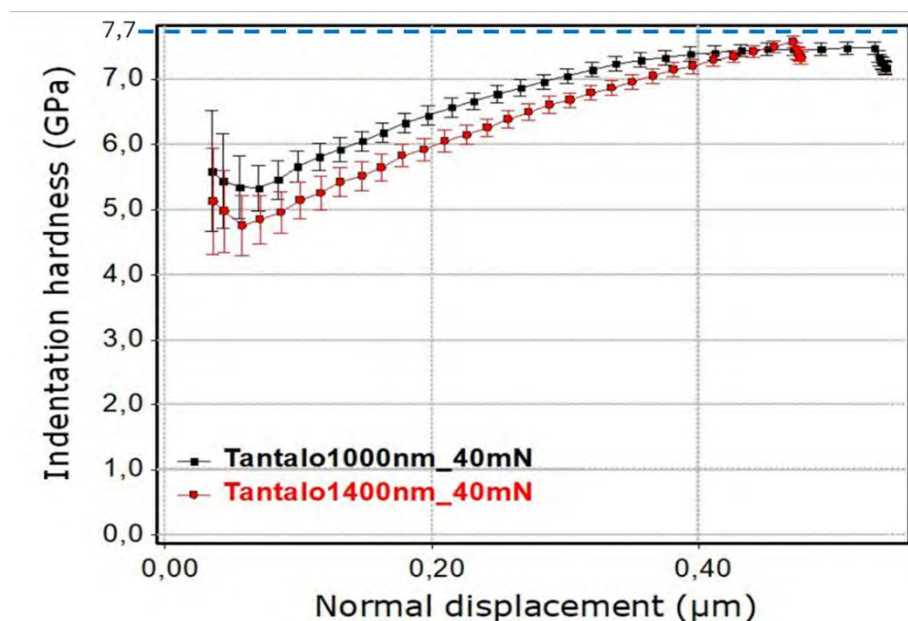
La Figura 4.3 presenta una curva obtenida a partir de la ecuación empírica construida y ajustada por la técnica de mínimos cuadrados para describir la tendencia general de los datos experimentales, permitiendo evaluar la coherencia interna de las mediciones y comprender de mejor manera el comportamiento del sistema bajo estudio. Asimismo, la gráfica cumple una función interpretativa al mostrar cómo varía el fenómeno en función de la variable independiente, dando así un sólido soporte cuantitativo para la justificación de la validez del modelo desarrollado.



**Figura 4.3:** Representación de la curva de ajuste correspondiente a la fórmula empírica construida, Ecuación (34) (A: Estrés y B: Espesor).

#### 4.1.3. Dureza de indentación como función del desplazamiento normal

En el gráfico mostrado en la Figura 4.4 se observa la evolución de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal para recubrimientos de tántalo con espesores de 1000 nm y 1400 nm, aplicando una carga de 40 mN. Este procedimiento fue realizado en las instalaciones del laboratorio TEKNIKER (España).



**Figura 4.4:** *Curvas dureza de indentación versus deformación normal para dos películas de espesores diferentes.*

Se observa que, en ambas curvas, la dureza inicial presenta valores elevados, lo que está seguido de sendas caídas marcadas en la región de desplazamientos bajos ( $\approx 0.03 - 0.06 \mu\text{m}$ ). Este comportamiento inicial puede atribuirse a efectos de superficie, tales como la rugosidad, tensiones residuales o irregularidades superficiales que afectan la respuesta mecánica en las primeras etapas de penetración. Posteriormente, la dureza muestra una tendencia creciente hasta alcanzar un régimen estable cercano a los 7.2 – 7.5 GPa lo cual refleja la respuesta de naturaleza intrínseca del material en el régimen elástico estable.

Comparando ambos espesores, se aprecia que el recubrimiento de 1000 nm

exhibe sistemáticamente valores de dureza ligeramente superiores respecto al de 1400 nm, especialmente en el rango intermedio de desplazamientos ( $0.1 - 0.3 \mu\text{m}$ ). Esta diferencia puede relacionarse con la mayor densificación y menor presencia de defectos en capas más delgadas, donde la microestructura columnar es más compacta y las tensiones internas contribuyen a reforzar la resistencia a la deformación plástica. Por el contrario; en recubrimientos más gruesos, la acumulación de tensiones compresivas tiende a debilitar la cohesión intercolumnar, reduciendo ligeramente la dureza aparente.

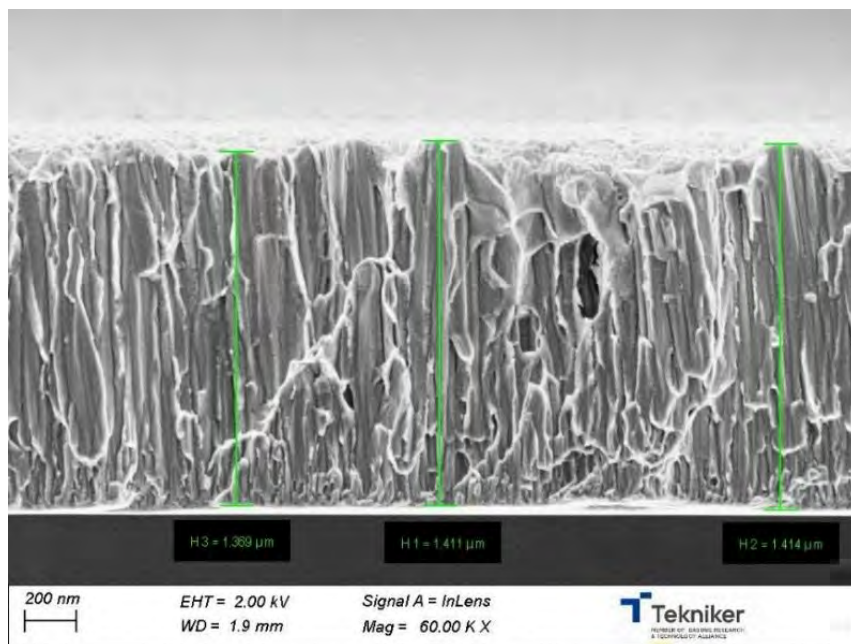
Además, es importante mencionar que las barras de error asociadas a cada punto de medición revelan una mayor dispersión en la región inicial de contacto. Esta variabilidad da a entender la fuerte influencia de los efectos superficiales en la etapa de penetración incipiente, sugiriendo que, en las capas con mayores espesores, la heterogeneidad microestructural próxima a la superficie puede ser más pronunciada. A medida que la penetración avanza, la reducción progresiva de la dispersión evidencia una transición hacia un régimen de respuesta más homogénea, donde domina el comportamiento volumétrico del material. Asimismo, el hecho de que ambas curvas presenten un punto de inflexión suave antes de alcanzar su régimen estable, indica que la deformación plástica ubicada, se acomoda gradualmente en las columnas del recubrimiento, reflejando así, la activación progresiva de mecanismos de endurecimiento intrínsecos de las películas delgadas de tántalo. Estas observaciones refuerzan la validez del comportamiento convergente entre ambos espesores, permitiendo interpretar la evolución de la dureza como resultado conjunto de la microestructura, la integridad superficial y los mecanismos de deformación característicos en películas metálicas delgadas.

El comportamiento asintótico hacia valores similares en ambos espesores,

indica que, independientemente de la variación inicial y las propiedades mecánicas intrínsecas del tántalo depositado, convergen hacia un límite característico del material, alcanzando un valor aproximado a 7.7 GPa, lo cual está en concordancia con lo reportado en la literatura (Han et al., 2005) para películas metálicas nanométricas sometidas a ensayos de nanoindentación.

#### 4.1.4. Morfología superficial mediante microscopia electrónica de barrido

En la micrografía que se muestra en la Figura 4.5 se aprecia la microestructura transversal correspondiente a la superficie del recubrimiento de tántalo, observada mediante SEM a un aumento de 60 000 X, presentando un espesor promedio medido en distintos puntos de la sección transversal aproximadamente 1.4  $\mu\text{m}$ , con una ligera variación entre 1.389  $\mu\text{m}$  y 1.414  $\mu\text{m}$ , lo que evidencia una deposición relativamente uniforme en toda la superficie del sustrato. La morfología observada revela una estructura columnar característica, con columnas verticales alargadas que se extienden desde la interface hasta la superficie de la película. Este procedimiento se ha realizado en las instalaciones del laboratorio TEKNIKER (España).



**Figura 4.5:** Micrografía de la película de tántalo de 1400 nm, por SEM.

La estructura muestra un crecimiento columnar de granos finos, típico de películas metálicas obtenidas por sputtering a bajas temperaturas de sustrato. Este tipo de morfología es resultado de una energía cinética moderada de los iones incidentes, que favorece la movilidad superficial de los átomos sin inducir recristalización excesiva. La uniformidad y la continuidad del recubrimiento evidencian una excelente adhesión entre la película y el sustrato, resultado del adecuado tratamiento previo de limpieza y de los parámetros optimizados de deposición. La textura observada es representativa de una película metálica con baja rugosidad superficial y alta densificación, propiedades esenciales para aplicaciones en microelectrónica, aeroespacial y mecánica.

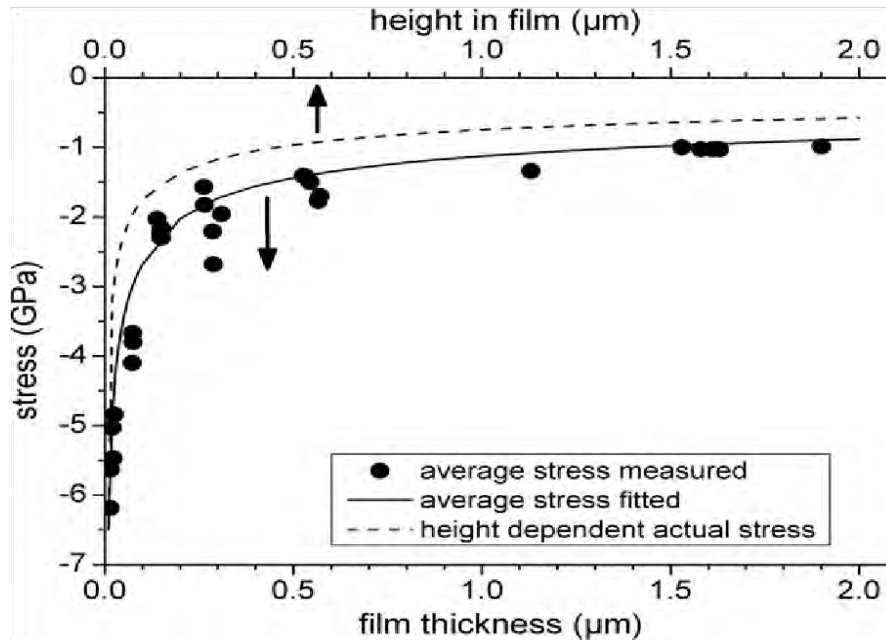
Asimismo, la micrografía permite identificar zonas localizadas, donde se observan ligeras discontinuidades o variaciones en el espesor de las columnas, asociadas a fluctuaciones momentáneas en la tasa de deposición o a diferencias locales en el flujo energético de los átomos e iones durante el proceso de sputtering. Estos contrastes internos, visibles como regiones más claras u oscuras dentro de las columnas, podrían corresponder a variaciones en la densidad atómica o a microporos propios a etapas iniciales de nucleación. No obstante, la alineación vertical predominante y la ausencia de delaminaciones o fracturas intergranulares confirman, que la película presenta una integridad estructural adecuada para soportar esfuerzos mecánicos, estructurales, térmicos o vibracionales en aplicaciones funcionales. Además, la clara definición de los límites columnares sugiere un crecimiento gobernado por un mecanismo de sombra geométrica reducida, que es característico en recubrimientos metálicos bajo presiones intermedias, donde el transporte de adátomos es limitado, pero suficientemente estable para mantener una orientación preferencial del crecimiento. Finalmente, el carácter fibroso y la verticalidad de las columnas

permiten vincular esta microestructura con la *Zona T* del modelo de Thornton.

#### **4.2. Discusión y análisis de los resultados**

Los resultados obtenidos evidencian la influencia directa de los parámetros de deposición en las propiedades estructurales y mecánicas de las películas delgadas de tántalo. La relación lineal entre el espesor y el tiempo de deposición (Figura 4.1) indica un crecimiento estable y controlado, característico de un régimen de deposición uniforme por Magnetron Sputtering. Este comportamiento confirma que la tasa de crecimiento permanece prácticamente constante durante todo el proceso, sin indicios de re-erosión y/o saturación del flujo atómico. La homogeneidad de la capa y ausencia de irregularidades notorias sugieren un control adecuado del plasma y una ionización efectiva del gas de trabajo, garantizando la reproducibilidad del recubrimiento.

En cuanto al estudio del estrés (Figura 4.2), se identificó un comportamiento puramente compresivo, evidenciado por los valores negativos medidos experimentalmente. Este tipo de esfuerzos es característico en recubrimientos metálicos depositados a bajas temperaturas mediante magnetron sputtering, donde la limitada movilidad superficial de los átomos impide una relajación completa de la red cristalina durante el crecimiento que es típico en recubrimientos metálicos. En esta etapa, la coalescencia de islas iniciales y la continua incorporación de átomos energizados generan una densificación progresiva del material, originando una contracción local de la red que se traduce en un estrés de naturaleza intrínseca de carácter compresivo. Estos resultados concuerdan con reportes en la literatura (Machunze & Janssen, 2009) para metales como Ti, W, Mo y Nb, así también para nitruros metálicos tales como TiN, TaN y NbN, en los cuales el régimen compresivo está directamente relacionado con la energía de bombardeo iónico y la densidad del plasma (Ver Figura 4.6).



**Figura 4.6:** Estrés como función del espesor en películas delgadas de TiN, determinado a partir de la curvatura de obleas, para comparación con el estrés como función del espesor en películas delgadas de tántalo (Machunze & Janssen, 2009).

A partir de la fórmula empírica construida para la relación entre el estrés y el espesor, ilustrada en la Figura (4.3); el espesor de la película ( $B$ ) aparece en la función  $f(B) = 1 - e^{-1/B}$ , por tanto, para  $B$  grande,  $\frac{1}{B} \rightarrow 0$  por lo que  $f(B) \rightarrow 0$  y  $A \rightarrow 0$  cuando  $k$  es finito. En esta tendencia  $k$  es negativo, por lo que  $A$  se aproxima a un valor cercano a “0” desde valores negativos para grandes espesores ( $B$ ). Asimismo, el signo de  $k$  indica que la magnitud del estrés  $A$ ) es compresiva, lo cual es coherente con lo reportado en la gráfica. Además, la fórmula,  $1 - e^{-1/B}$  encaja físicamente si la variación del parámetro no depende linealmente del espesor de la película ( $B$ ) sino con su recíproco, un comportamiento típico en procesos donde las primeras capas dominan la evolución debido a los cambios bruscos presentes en espesores muy pequeños. De esta manera, según el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) explica que el modelo capta la mayor parte de la variabilidad del proceso; por tanto, la discrepancia restante puede deberse a ruido experimental, como los efectos físicos adicionales (microgrietas,



porosidad, coalescencia) o que el modelo es una idealización matemática.

Las curvas de dureza obtenidas por la técnica de nanoindentación (Figura 4.4) muestran un incremento progresivo de la resistencia al contacto con la profundidad de penetración, evidenciando la típica respuesta elasto-plástica del material. En las películas más delgadas, la dureza inicial aparece ligeramente elevada debido al efecto de confinamiento impuesto por el sustrato, mientras que los de mayores espesores muestran un comportamiento más homogéneo y representativo del tántalo depositado. Los valores promedio de la dureza, son cercanas a 7.2 – 7.5 GPa, en concordancia con lo reportado en la literatura (Sun & Wei, 2011) para recubrimientos de tántalo policristalino, lo que respalda la calidad del depósito obtenido, lo que confirma la calidad de la deposición. El descenso rápido de la dureza en las primeras etapas de la penetración se atribuye principalmente a la rugosidad superficial, a pequeñas heterogeneidades y a tensiones residuales propias del proceso de sputtering, lo que explica la mayor dispersión registrada por debajo de 0.06  $\mu\text{m}$ . Una vez superada esta región superficial, ambas películas muestran un incremento sostenido de la dureza y posteriormente una tendencia a estabilizarse cuando la respuesta del volumen se vuelve dominante, influenciada por la distribución de fronteras de grano, la estructura columnar y los mecanismos de endurecimiento característico del tántalo. La diferencia entre espesores sugiere que las películas con menor espesor tienden a presentar una microestructura más compacta y densificada, mientras que en las películas con espesores más gruesas podría ocurrir cierto grado de relajación estructural o una cohesión intercolumnar ligeramente menor, asociada a la aglomeración de tensiones compresivas durante el crecimiento. Finalmente, la convergencia hacia valores próximos a 7.5 – 7.7 GPa confirma la consistencia del depósito y concuerda con el comportamiento reportado en otros metales nanométricos, indicando que la evolución

de la dureza está gobernada por la interacción entre efectos superficiales, integridad microestructural y las tensiones internas que restringen el movimiento dislocacional e incrementan la resistencia frente a la deformación.

La microestructura observada por microscopía electrónica de barrido (Figura 4.5) confirma la naturaleza columnar del crecimiento, típica de los recubrimientos metálicos obtenidos mediante sputtering a temperaturas menores. Las columnas verticales y las fronteras intergranulares abiertas son indicativas de una movilidad atómica limitada durante la nucleación, coherente con la zona T del diagrama de Thornton (Pág. 56). La ligera porosidad y la presencia de microvacíos observados entre las columnas, están en concordancia con los valores de estrés compresivo determinados, dado que estas discontinuidades actúan como zonas de acumulación de tensiones. No obstante, la continuidad del recubrimiento y la uniformidad del espesor observadas en la micrografía, demuestran una excelente adherencia al sustrato y una compactación estructural adecuada.

En conjunto, los resultados confirman que las películas delgadas de tántalo presentan una combinación óptima de propiedades estructurales y mecánicas, determinadas por el equilibrio entre las condiciones de deposición, la energía de los iones incidentes y la temperatura del sustrato. La correlación entre el espesor, el estrés, la dureza y la morfología, revelan un sistema coherente y bien controlado, con potencial para aplicaciones donde se requiera alta resistencia mecánica, estabilidad térmica y una excelente adherencia superficial.

## CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1. Conclusiones

Luego de la culminación del presente trabajo de investigación, se arriba a las siguientes conclusiones:

- La investigación demostró que es posible sintetizar películas delgadas de tántalo mediante la técnica de Magnetron Sputtering y caracterizarlas mecánicamente, comprobando que esta metodología es adecuada para obtener recubrimientos homogéneos, con propiedades mecánicas bien definidas y dependientes de los parámetros de deposición. Los resultados obtenidos validan la viabilidad de la técnica para aplicaciones tecnológicas avanzadas.
- El estudio del estrés como función del espesor de la película delgada mostró que el análisis de curvatura basado en la ecuación de Stoney reveló un comportamiento puramente compresivo (Pág. 114; Figura 4.2), cuya magnitud aumenta con el espesor debido a la restricción progresiva del movimiento atómico y a la coalescencia incompleta de islas durante las etapas iniciales del crecimiento. Este régimen compresivo es característico de recubrimientos metálicos depositados a bajas temperaturas y explica la estabilidad estructural del sistema frente a deformaciones plásticas localizadas. Asimismo, la fórmula empírica construida,  $A(B) = k(1 - e^{-1/B})$ , describió adecuadamente la tendencia observada, destacando que las variaciones más significativas del estrés ocurren a espesores pequeños, donde dominan los procesos de nucleación y cierre de vacancias, mientras que para espesores

mayores el estrés se aproxima gradualmente a un valor cercano a cero desde magnitudes compresivas, reflejando así un crecimiento más estable y homogéneo en películas delgadas de tántalo. El signo negativo del parámetro  $k$  (-45.52) confirma la naturaleza compresiva del estrés. Por otra parte, el buen ajuste indica que éste representa apropiadamente la mayor parte de la variabilidad experimental, quedando las discrepancias vinculadas a microgrietas, porosidad o idealizaciones del propio modelo matemático propuesto. En conjunto, los resultados evidencian que el desarrollo del estrés de naturaleza intrínseca en estas películas está gobernado por los mecanismos iniciales de crecimiento y por la evolución no lineal del estrés con el espesor, lo que explica la estabilidad estructural observada en el tántalo depositado sobre el sustrato de silicio.

- El estudio de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal, basado en ensayos de nanoindentación, mostró que los recubrimientos de tántalo alcanzan valores promedio entre 7.2-7.5 GPa, estabilizándose una vez superada la zona inicial donde predominan los efectos superficiales. En esta región se observaron variaciones más marcadas y mayor dispersión, asociadas a la rugosidad, irregularidades y tensiones residuales de la superficie. Conforme aumenta la profundidad, la respuesta se vuelve más estable y representativa del espesor del material. Las películas más delgadas presentaron durezas ligeramente mayores debido al confinamiento impuesto por el sustrato y a una microestructura más densa, mientras que en las películas más gruesas mostraron un comportamiento más uniforme en el régimen

estable, aunque con la influencia de tensiones compresivas acumuladas que afectan la cohesión intercolumnar. Estas propiedades demuestran una relación directa entre el espesor, el nivel de estrés residual y la densificación microestructural, lo que explica la diferencia en la respuesta mecánica observada entre ambas capas. La convergencia de ambas curvas hacia un mismo intervalo confirma la consistencia del depósito y evidencia que el comportamiento mecánico final depende de la interacción entre la microestructura columnar, las tensiones internas y la reducción progresiva de los efectos superficiales, consolidando así un modelo de respuesta estable y representativo del tántalo.

- La imagen SEM confirmó una morfología homogénea de orientación columnar estable y excelente adherencia interfacial. La presencia de microvacíos y fronteras abiertas coincide con los valores de estrés compresivo calculados, validando la coherencia entre la morfología y la respuesta mecánica. Esta correlación demuestra que los mecanismos de crecimiento y las tensiones residuales pueden ser controladas mediante la modulación fina de los parámetros de sputtering.

El problema general y los problemas específicos planteados en este trabajo de investigación han sido resueltos.

El objetivo general y los objetivos específicos propuestos en este trabajo de investigación fueron alcanzados.

La hipótesis general y las hipótesis específicas formuladas en este trabajo de investigación fueron confirmadas.

En resumen, los resultados confirman que las películas delgadas de tántalo

obtenidas mediante la técnica de Magnetron Sputtering DC constituyen sistemas estables, reproducibles y con propiedades estructurales y mecánicas altamente sintonizables. Estas características posicionan al tantalito como un material idóneo para aplicaciones de alta exigencia en microelectrónica, dispositivos MEMS, recubrimientos biomédicos y componentes aeroespaciales, donde la combinación de dureza, estabilidad térmica y adhesión es esencial para el desempeño del material.

## **5.2. Recomendaciones**

A continuación, luego de la formulación de las conclusiones del presente trabajo de tesis, sugerimos las siguientes recomendaciones, que podrían dar lugar a futuras investigaciones relacionadas con películas delgadas de tantalito.

- Para optimizar el control estructural y mecánico de las películas delgadas de tantalito depositadas por la técnica de Magnetron Sputtering DC, se recomienda realizar estudios sistemáticos de variación de parámetros de deposición, como la potencia de descarga, presión parcial del gas de trabajo, temperatura del sustrato y distancia entre el blanco y el sustrato, a fin de establecer mapas de procesamiento que correlacionen directamente las condiciones experimentales con la evolución microestructural, las tensiones residuales y la respuesta mecánica del recubrimiento.
- Asimismo, es necesario incorporar técnicas avanzadas de caracterización, como la difracción de rayos X de alta resolución (XRD), espectroscopia Raman y microscopia electrónica de transmisión (TEM), para estudiar los mecanismos de relajación de tensiones y las transiciones de fase durante el crecimiento. Estas

herramientas permitirán cuantificar en tiempo real la evolución cristalina del tántalo y correlacionarla con las propiedades elásticas observadas por ensayos de nanoindentación.

- También se recomienda explorar el efecto del bias sputtering controlado sobre la energía de los iones incidentes, ya que un ajuste fino de este parámetro puede inducir densificación, mejorar la adhesión interfacial y reducir los efectos asociados a vacíos atómicos y microgrietas, contribuyendo a obtener recubrimientos con mayor estabilidad mecánica.
- De igual manera, se recomienda someter estas películas a pruebas reales, por ejemplo, en dispositivos microelectrónicos, biomédicos, mecánicos o aeroespaciales, evaluando su comportamiento bajo condiciones de fatiga, temperatura y corrosión controlada. Este enfoque estaría orientado a la validación funcional, permitiendo proyectar el uso del tántalo como material estratégico en el desarrollo de tecnologías emergentes de alto valor agregado.
- Finalmente, para futuros trabajos en el departamento del Cusco, se recomienda fortalecer y ampliar la investigación en el área de Física e Ingeniería de Superficies, fomentando el estudio en diversos tipos de materiales que impulsen el desarrollo de la Ciencia de Materiales, la Física de Materiales, la Ingeniería de Materiales y la Ingeniería Nanotecnológica, así como a sus potenciales aplicaciones tecnológicas, considerando que el presente trabajo constituye el punto de partida de esta línea de investigación en la región.

## BIBLIOGRAFÍA

- Westwood W. (2003). Sputter Deposition. *AVS Education Committe Book Series*, Vol. 2.
- Yang, X. & Wang, D. (2025). Effect of Sputtering Process Parameters on Physical Properties and Electron Emission Level of Titanium Nitride Films. *Novel Inorganic Coatings and Thin Films*, 13(6), 201. <https://doi.org/10.3390/inorganics13060201>
- Pujada, R. (2016). Estudio del Estrés Intrínseco de Películas Delgadas y Multicapas de Carburo de Tungsteno – Carbón Tipo Diamante Producido por Magnetron Sputtering. *Universidad Nacional de Ingeniería*.
- Ohring, M. (2002). Materials Science of Thin Films Deposition & Structure ed 2nd. *Academic Press Inc., San Diego*.
- Calderón, N. (2018). Diseño y Construcción de un Magnetron Desbalanceado para un Sistema de Deposición de Películas Delgadas Ag-Carbón Amorfo. *Universidad Nacional de Piura*.
- Borowski, P., & Myśliwiec, J. (2025). Recent Advances in Magnetron Sputtering: From Fundamentals to Industrial Applications. *Coatings*, 15(8), 922. <https://doi.org/10.3390/coatings15080922>
- Castillo, J. (2018). Síntesis y Caracterización de Óxido de Níquel para Aplicaciones en Dispositivos Electrónicos. *Universidad Autónoma de Baja California*.
- Almtoft, K. P. (2006). Structural Characterization of Nanocrystalline Thin Films Grown by Magnetron Sputtering. *University of Aarhus*.
- Olaya, J. (2005). Recubrimientos de Nitruros Metálicos Depositados con la Técnica de Espurreo Asistido por Campos Magnéticos Variables. *Universidad Nacional Autónoma de México*.
- Meza, C. (2017). Desarrollo de Películas Semiconductoras Nanoestructuradas de SnSSe y Cu<sub>2</sub>ZnSnS<sub>4</sub> para Aplicación en Celdas Solares. *Universidad de Guadalajara*.
- Angarita, L. (2017). Síntesis de Películas Delgadas por la Técnica de Magnetron Sputtering a Partir de Blancos de Renio y Boro. *Universidad EAFIT Colombia*.
- Gómez, G. (2005). Comportamiento Ante el Deslizamiento Alternante de Recubrimientos Base Plata Depositados por RF – Sputtering. *Universidad Central de Venezuela*.
- Ruden, A. (2011). Análisis Estructural, Superficial y Tribológico de Recubrimientos de Nitruro de



- Cromo (CrN) Sintetizado por Magnetron Sputtering Reactivo DC. *Universidad Nacional de Colombia*.
- Tenopala, F. (2014). Microestructuración de Películas Delgadas para Sensores Fotónicos. *Universidad Nacional Autónoma de México*.
- Calderón, N. (2018). Estudio de los Parámetros de Crecimiento Sobre las Propiedades de Recubrimientos Ag – DLC y Cr – DLC Depositados por Magnetron Sputtering. *Universidad Nacional de Ingeniería*.
- Amaya, A. (2007). Diseño y Construcción de un Magnetron Desbalanceado para Depositar Recubrimientos de CrN. *Universidad de San Buenaventura de Colombia*.
- Ampuero, J. (2016). Análisis por Espectroscopía de Electrones Auger de Superficies Metálicas Recubiertas con Nanocompuestos de Alta Dureza. *Universidad Nacional de Ingeniería*.
- Sproul, W. D., Christie, D.J. & Carter, D. C. (2005). Control of Reactive Sputtering Processes. *Thin Solid Films*, 491, 0040 – 6090/\$. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.05.022>
- Berg, S., Blom, H.O., Moradi, M., Nender, C. & Larsson, T. (1989). Process Modeling of Reactive Sputtering. *American Vacuum Society*. <https://doi.org/10.1116/1.576259>
- Estupiñán, F. (2020). Caracterización Microestructural del Recubrimiento CrTiAlSiN Depositado Sobre Metal Duro K20 Mediante Sistema de Cosputtering. *Universidad ECCI de Colombia*.
- Talledo, A. (2013). Tecnología de Alto Vacío: Herramientas Básicas para el Desarrollo Industrial. *Guzlop Editoras de Lima*.
- Rosnagel, S. M. (2003). Thin Film Deposition With Physical Vapor Deposition and Related Technologies. *American Vacuum Society*. <https://doi.org/10.1116/1.1600450>
- Seeman, J. M. (1966). Bias Sputtering: Its Techniques and Applications. *Vacuum 1967, Vol. 17, Pages 129 - 137*. [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(67\)93141-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(67)93141-7)
- Nender, C., Katardjiev, I. V., Barklund, A. M., Berg, S. & Carlsson, P. (1993). High Bias Sputtering for Large – Area Selective Deposition. *Thin Solid Films*, 228, Pages 87 - 90 [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(93\)90570-F](https://doi.org/10.1016/0040-6090(93)90570-F)
- Anders, A. (2011). Discharge Physics of High Power Impulse Magnetron Sputtering. *Surface & Coatings Technology, Vol. 205, Pages S1 - S9*. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.03.081>

- Muñoz, S. (2022). Recubrimientos Nanocolumnares Estructurados Sobre Sustratos Rugosos y Litografiados en Condiciones Industriales. *Universidad Complutense de Madrid*.
- Hopwood, J. A. (2000). Plasma Physics. *Thin Films*, Vol. 27, Pages 181 - 207. [https://doi.org/10.1016/S1079-4050\(00\)80009-5](https://doi.org/10.1016/S1079-4050(00)80009-5)
- Gudmundsson, J. T. (2020). Physics and Technology of Magnetron Sputtering Discharges. *Plasma Sources Science and Technology*, Vol. 29, 113001. <https://doi.org/10.1088/1361-6595/abb7bd>
- Shanker, G., Prathap, P., Srivatsa, K. M. K. & Singh, P. (2019). Effect of Balanced and Unbalanced Magnetron Sputtering Processes on the Properties of SnO<sub>2</sub> Thin Films. *Current Applied Physics*, Vol. 19, Pages 697 – 703. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2019.03.016>
- Golosov, D. A. (2017). Balanced Magnetic Field in Magnetron Sputtering Systems. *Vacuum* 2017, Vol. 139, Pages 109 - 116. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.02.018>
- Asencios, J. (2016). Producción y Caracterización de Multicapas de Alta Dureza Basadas en Nitruro de Titanio por Técnica DC Magnetron Sputtering. *Universidad Nacional de Ingeniería*.
- Greene, J. E. (1993). Multicomponent and Multilayered Thin Films for Advanced Microtechnologies: Techniques, Fundamentals and Devices, Chapter Physics of Film Growth From the Vapor Phase. *Kluwer Academic Publishers*, Pages 39 - 88.
- Albella, J. M. (2003). Láminas Delgadas y Recubrimientos: Preparación, Propiedades y Aplicaciones. *Consejo Superior de Investigaciones Científicas de España*.
- Lozovoy, K. A., Korotaev, A. G., Kokhanenko, A. P., Dirko, V. V. & Voitsekhovskii, A. V. (2019). Kinetics of Epitaxial Formation of Nanostructures by Frank–Van Der Merwe, Volmer–Weber and Stranski–Krastanow Growth Modes. *Surface and Coatings Technology* 2020, Vol. 384, 125289. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125289>
- Baskaran, A. & Smereka, P. (2012). Mechanisms of Stranski – Krastanov Growth. *Journal of Applied Physics*, 044321. <https://doi.org/10.1063/1.3679068>
- Mattox, D. M. (1998). Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing: Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control. *Society of Vacuum Coaters*.
- Cruz, L. (2022). Análisis y Control de Películas Delgadas de Dióxido de Silicio Sintetizadas por Pulverización Catódica Reactiva. *Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de*

*Ensenada de Baja California.*

- Thompson, C. V. (2000). Structure Evolution During Processing of Polycrystalline Films. *Annual Review of Materials Research*, Vol. 30. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.30.1.159>
- Petrov, I., Barna, P. B., Hultman, L. & Greene, J. E. (2003). Microstructural Evolution During Film Growth. *American Vacuum Society*. <https://doi.org/10.1116/1.1601610>
- Thompson, C. V. & Carel, R. (1996). Stress and Grain Growth in Thin Films. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 44, Pages 657 - 673. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(96\)00022-1](https://doi.org/10.1016/0022-5096(96)00022-1)
- Janssen, G. C. A. M. (2007). Stress and Strain in Polycrystalline Thin Films. *Thin Solid Films*, Vol. 515, Pages 6654 - 6664. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.03.007>
- Freund, L. B. & Suresh, S. (2003). Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution. *Cambridge University Press*.
- Fischer - Cripps, A. (2011). Nanoindentation. *Mechanical Engineering Series, Springer, Third Edition*. <https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9872-9>
- Oliver, W. C. & Pharr, G. M. (1992). An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. *Journal of Materials Research*, Vol. 7, Pages 1564 - 1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
- Cabrera, R. (2007). Obtención y Caracterización de Recubrimientos de Sialon Mediante RF Sputtering. *Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo*.
- Ale, M. (2019). Influencia de la Estructura Cristalina y de la Mesoestructura Sobre las Propiedades Físicas de Películas Delgadas y Heteroestructuras Basadas en  $\beta$ -FeSe. *Universidad Nacional de Cuyo de Argentina*.
- Mossos, V. (2020). Desarrollo y Caracterización de Películas Delgadas Depositadas por la Técnica de Electrodeposición de la Capa de Cobre / Antimonio en el Compuesto Ternario  $\text{CuSbS}_2$  de Manera Secuencial. *Fundación Universidad de América de Colombia*.
- Núñez, E. (2020). Diseño y Construcción de un Magnetron para Pulverización Catódica para el Laboratorio de Materiales de Ingeniería Mecánica de la Facultad de Ingeniería Civil y Mecánica de la Universidad Técnica de Ambato. *Universidad Técnica de Ambato*.
- Constantin, D. G., Apreutesei, M., Arvinte, R., Marin, A., Andrei, O. C. & Munteanu, D. (2011).

- Magnetron Sputtering Technique Used for Coatings Deposition; Technologies and Applications. *7<sup>th</sup> International Conference on Materials Science and Engineering – BRAMAT 2011*.
- Abadias, G. & Guerin, Ph. (2008). In Situ Stress Evolution During Magnetron Sputtering of Transition Metal Nitride Thin Films. *Applied Physics Letters*, 93, 111908. <https://doi.org/10.1063/1.2985814>
- Anders, A., Andersson, J. & Ehasarian, A. (2007). High Power Impulse Magnetron Sputtering: Current-Voltage-Time Characteristics Indicate the Onset of Sustained Self-Sputtering. *Applied Physics Letters*, 102, 113303. <https://doi.org/10.1063/1.2817812>
- Baptista, A., Silva, F. J. G., Porteiro, J., Miguez, J. L., Pinto, G. & Fernandes, L. (2018). On the Physical Vapour Deposition (PVD): Evolution of Magnetron Sputtering Processes for Industrial Applications. *Procedia Manufacturing*, Vol. 17, Pages 746 - 757. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.10.125>
- Chiu, K. F., Barber, Z. H. & Somekh, R. E. (1999). The Control of Film Stress Using Ionised Magnetron Sputter Deposition. *Thin Solid Films*, Vol. 342 - 344, Pages 39 - 42. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(98\)01565-X](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(98)01565-X)
- Maréchal, N., Quesnel, E. & Pauleau, Y. (1994). Silver Thin Films Deposited by Magnetron Sputtering. *Thin Solid Films*, Vol. 241, Pages 34 - 38. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(94\)90391-3](https://doi.org/10.1016/0040-6090(94)90391-3)
- Pujada, B. R. & Janssen, G. C. A. M. (2006). Density, Stress, Hardness and Reduced Young's Modulus of W–C:H Coatings. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, Pages 4284 - 4288. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.08.058>
- Pujada, B. R., Tichelaar, F. D. & Janssen, G. C. A. M. (2007). Stress in Tungsten Carbide-Diamond Like Carbon Multilayer Coatings. *Applied Physics Letters*, 90, 021913. <https://doi.org/10.1063/1.2430905>
- Pujada, B. R., Tichelaar, F. D. & Janssen, G. C. A. M. (2008). Hardness of and Stress in Tungsten Carbide–Diamond Like Carbon Multilayer Coatings. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 203, Pages 562 - 565. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.05.051>
- Vink, T. J., Walrave, W., Daams, J. L. C., Dirks, A. G., Somers, M. A. J. & Van der Aker, K. J. A. (1993). Stress, Strain, and Microstructure in Thin Tungsten Films Deposited by DC Magnetron Sputtering. *Journal of Applied Physics*, 74, Pag 988 - 995. <https://doi.org/10.1063/1.354842>

- Ponce, S., Calderon, N. Z., Ampuero, J. L., La Rosa Toro, A., Talledo, A., Gacitúa, W. & Pujada, B. R. (2020). Influence of the Substrate Bias on the Stress in Ti-DLC Films Deposited by DC Magnetron Sputtering. *Journal of Physics: Conference Series*. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1558/1/012009>
- Figueroa, R. & Talledo, A. (2000). Dureza de Recubrimiento de TiVN Y TiN Sobre Acero Inoxidable AISI-316 y Acero Rápido HSS. *Tecnia*, Vol. 2, Pag. 23 - 28. <https://doi.org/10.21754/tecnia.v10i2.459>
- Hernández - Sampieri, R. & Mendoza, C. P. (2018). Metodología de la Investigación: Las rutas cuantitativa, cualitativa y mixta. *Ed. 1, McGraw-Hill Interamericana Editores, S.A.*
- Hurtado, J. (2012). El proyecto de investigación: Comprensión holística de la metodología y la investigación. *Ed. 7ma, Ediciones Quirón*.
- Saha, R., Inturi, R. & Barnard, J. (1996). Effect of Thickness and Annealing on Stress in Tantalum and Tantalum Nitride Thin Film Hard Coatings. *MRS Online Proceedings Library 436*, Pag. 529 - 534. <https://doi.org/10.1557/PROC-436-529>
- Montgomery, D. C., Peck, E. A. & Vining, G. G. (2012). Introduction to Linear Regression Analysis. *Ed. 5, John Wiley & Sons, USA*.
- Han, S. M., Shah, R., Banerjee, R., Viswanathan, G. B., Clemens, B. M. & Nix, W. D. (2005). Combinatorial Studies of Mechanical Properties of Ti-Al Thin Films Using Nanoindentation. *Acta materialia*, 53, Pag 2059 - 2067. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.01.017>
- Machunze, R. & Janssen, G. C. A. M. (2009). Stress and Strain in Titanium Nitride Thin Films. *Thin Solid Films*, 517, Pag 5888 - 5893. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.04.020>
- Sun, H. L. & Wei, M. (2011). Microstructure and Nanoindentation Hardness of Sputter Deposited Nanocrystalline Tantalum Thin Films. *Advanced Materials Research*, 311-313, Pag 1810 - 1813. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.311-313.1810>

## ANEXOS

### MATRIZ DE CONSISTENCIA

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA	<p><b>Problemas General:</b></p> <p>¿Será posible sintetizar películas delgadas de tantalio por la técnica de Magnetron Sputtering?</p> <p>En caso afirmativo:</p> <p>¿Será posible caracterizar mecánicamente las películas delgadas de tantalio depositadas mediante la técnica de Magnetron Sputtering?</p> <p><b>Problemas Específicos:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) ¿Cómo se determina el estrés como función del espesor de una película delgada de tantalio?</li> <li>b) ¿Cuál es la dureza de indentación como función del desplazamiento normal de la película delgada de tantalio?</li> </ul>
OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	<p><b>Objetivo General:</b></p> <p>Sintetizar películas delgadas de tantalio por la técnica de Magnetron Sputtering y caracterizar sus propiedades mecánicas relevantes.</p> <p><b>Objetivos Específicos:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Hacer un estudio experimental del estrés como función del espesor de películas delgadas de tantalio.</li> <li>b) Hacer un estudio experimental de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal mediante la técnica de Nanoindentación en películas delgadas de tantalio.</li> </ul>
HIPÓTESIS	<p><b>Hipótesis General:</b></p> <p>Es posible sintetizar películas delgadas de tantalio por la técnica de Magnetron Sputtering.</p> <p>Es posible caracterizar mecánicamente las películas delgadas de tantalio depositadas mediante la técnica de Magnetron Sputtering.</p> <p><b>Hipótesis Específicas:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Es posible estudiar el estrés como función del espesor en las películas delgadas de tantalio.</li> </ul>

	<p>b) Es posible hacer un estudio experimental de la dureza de indentación como función del desplazamiento normal mediante la técnica de Nanoindentación en películas delgadas de tántalo.</p>
<p>VARIABLES INDEPENDIENTES Y VARIABLES DEPENDIENTES</p>	<p><b>Primer experimento:</b>  <i>Estudio del Estrés como función del Espesor</i>  VARIABLE INDEPENDIENTE: Espesor  Unidades de medición: Nanómetros  Instrumentos: Balanza analítica (medición indirecta)  VARIABLE DEPENDIENTE: Estrés  Unidades de medición: Pascales (Pa)  Instrumentos: Sistema Óptico (medición indirecta)</p> <p><b>Segundo experimento:</b>  <i>Estudio de la Dureza de Indentación como función del Desplazamiento Normal</i>  VARIABLE INDEPENDIENTE: Desplazamiento Normal  Unidades de medición: Micrómetros (<math>\mu\text{m}</math>)  Instrumentos: Indentador (medición indirecta)  VARIABLE DEPENDIENTE: Dureza de Indentación  Unidades de medición: Gigapascales (GPa)  Instrumentos: Sistema del Indentador (medición indirecta)</p>
<p>METODOLOGÍA</p>	<p><b>Primera etapa:</b> Síntesis de películas delgadas de tántalo por la técnica de Magnetron Sputtering</p> <p><b>Segunda etapa:</b> Estudio de propiedades mecánicas:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Estrés como función del Espesor</li> <li>b) Dureza de Indentación como función del Desplazamiento Normal</li> </ul>

## SECCIÓN FOTOGRAFICA

### A1. FOTOGRAFIA DEL AUTOR DE LA TESIS, TRABAJANDO EN EL LABORATORIO DE SPUTTERING DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA.



*Fuente: Archivo fotográfico del investigador*

### A2. FOTOGRAFIA DEL AUTOR JUNTO AL CO-ASESOR, DR. BRAULIO RAFAEL PUJADA BERMUDEZ, EN EL LABORATORIO SPUTTERING DE LA UNIVERDAD NACIONAL DE INGENIERIA.



*Fuente: Archivo fotográfico del investigador*



**A3. FOTOGRAFIA DEL AUTOR JUNTO AL CO-ASESOR, DR. BRAULIO RAFAEL PUJADA BERMUDEZ Y AL DR. JUNIOR ASENCIOS ROJAS (QUIEN AYUDO Y ORIENTO EN LA PREPARACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS INICIALES), EN EL LABORATORIO SPUTTERING DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA.**



*Fuente: Archivo fotográfico del investigador*

**A4. FOTOGRAFIA DE TODOS LOS RECUBRIMIENTOS REALIZADOS EN LAS OBLEAS DE SILICIO SOBRE PAPEL OPTICO**



*Fuente: Archivo fotográfico del investigador*

**A5. FOTOGRAFIA DEL TANQUE DE ARGON UTILIZADO PARA ESTA INVESTIGACIÓN**



*Fuente: Archivo fotográfico del investigador*