

Crecimiento por RF-Magnetron Sputtering de capas delgadas de  $\text{BaTiO}_3$  sobre Nitruro de titanio nanoestructurado.

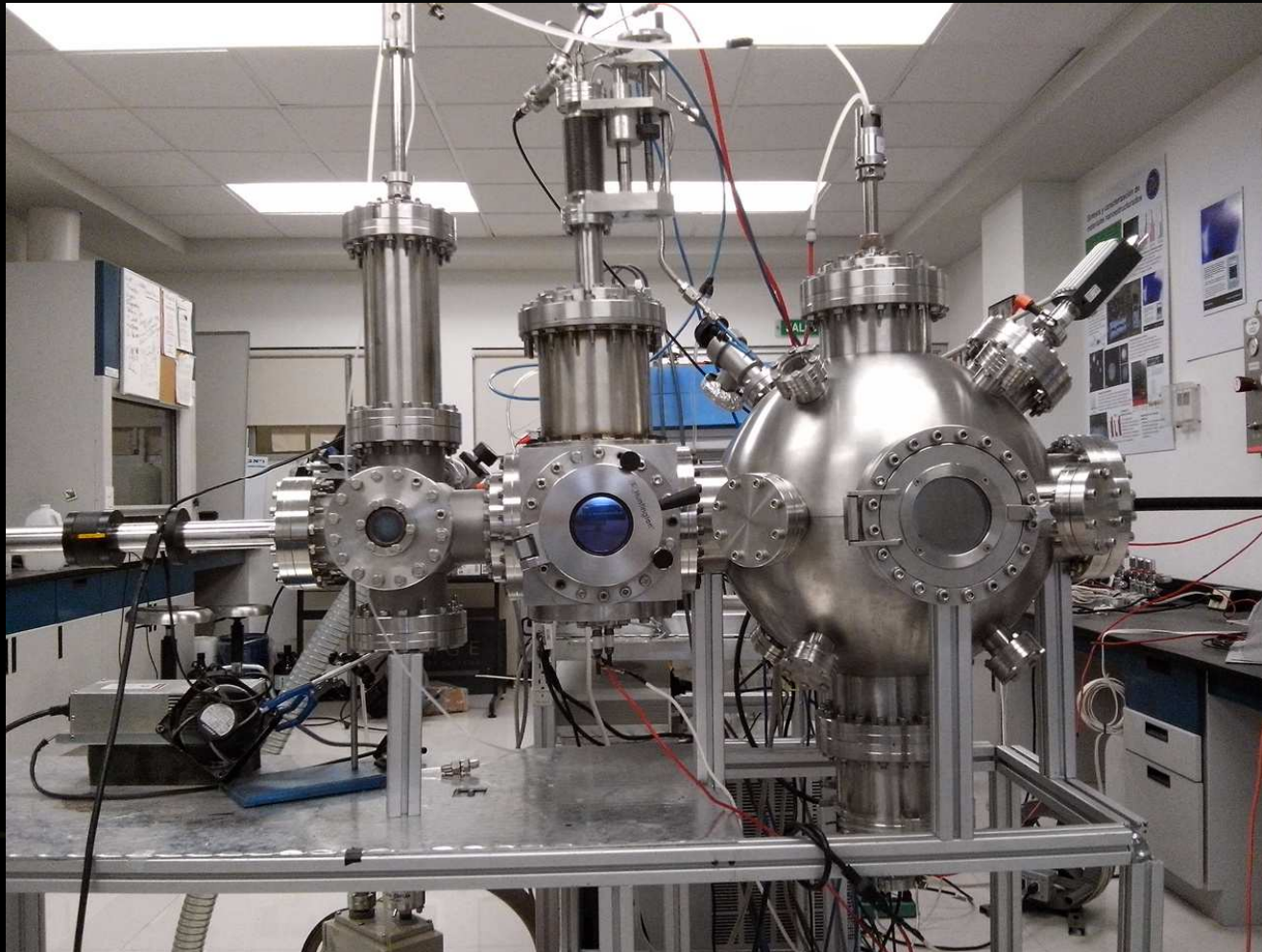
Autor: Odin Vázquez Robaina

Instituto de Física La Plata, La Plata, Buenos Aires, Argentina  
2016

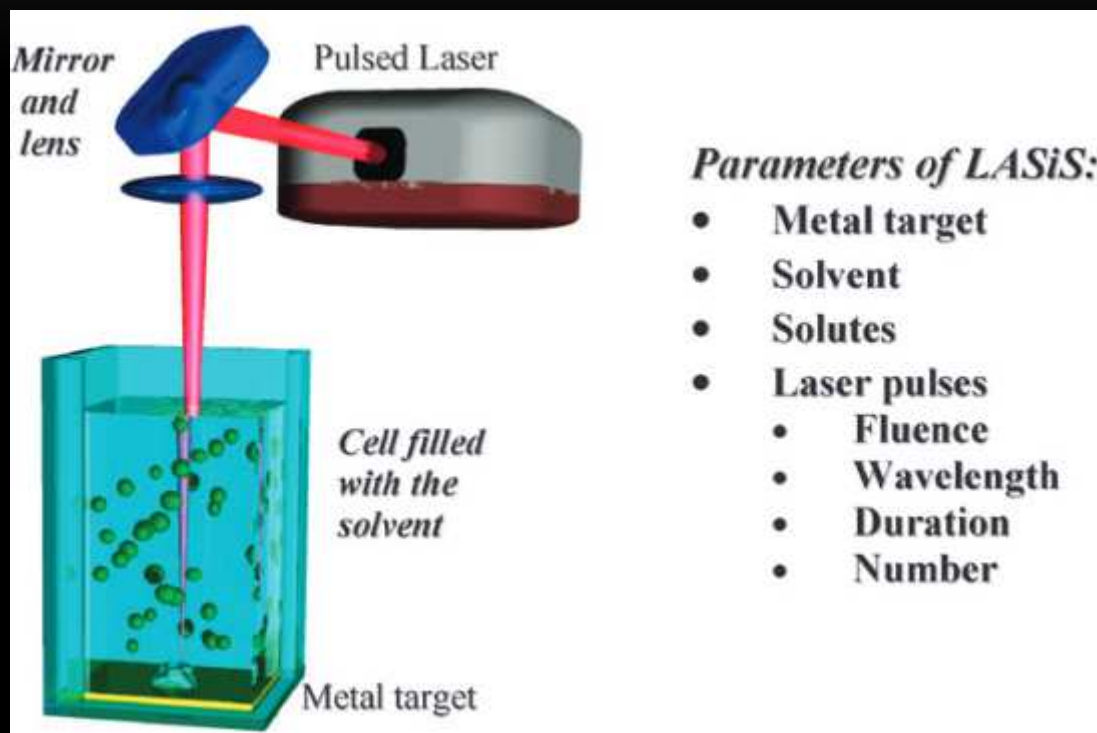
# SUMARIO

- ❖ Metodología utilizada para el crecimiento de capas delgadas de  $\text{BaTiO}_3$  (BTO) sobre sustratos de Nitruro de titanio (TiN) nanoestructurado.
- ❖ Descripción de las técnicas empleadas para la caracterización morfológica y estructural de las capas de  $\text{BaTiO}_3$  y TiN.
- ❖ Resultados obtenidos de la caracterización morfológica y estructural. Discusión de los resultados.

# MÉTODO DE CRECIMIENTO. RF- MAGNETRÓN SPUTTERING, INSTALACIÓN EXPERIMENTAL



# TÉCNICA DE SÍNTESIS POR ABLACIÓN LÁSER EN SOLUCIÓN



# TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE CAPAS DELGADAS.

## Morfológicas

- ❖ Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)
- ❖ Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

## Estructurales

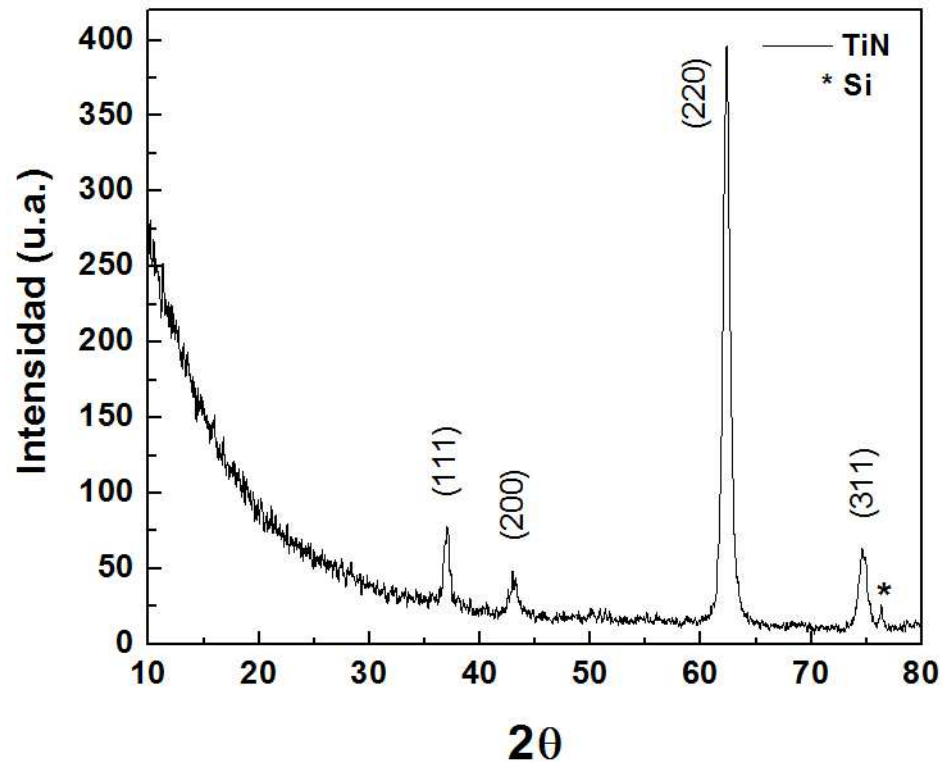
- ❖ Difracción de Rayos X (DRX)

## Composicional

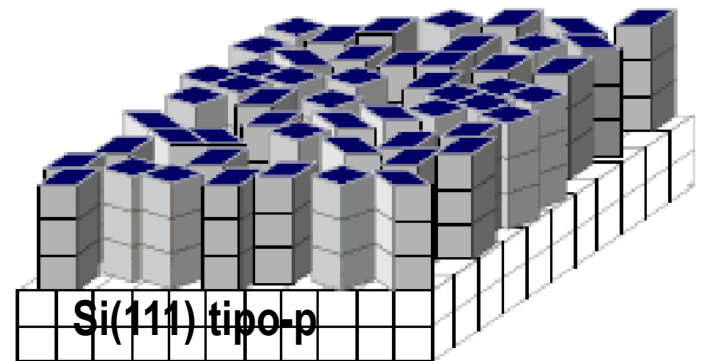
- ❖ Espectroscopía por Dispersión de Electrones

		Serie 1					Serie 2				
Muestra		BTO 16	BTO 17	BTO 18	BTO 19	BTO 20	BTO 21				
Sustrato		TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>	TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>	TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>	TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>	TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>	TiN/SiO <sub>2</sub> /Si <sub>(100)</sub>				
Tiempo Dep.(h)		2	2	2	1	1	1				
T. Sustrato(°C)		350	350	350	350	350	350				
Ar(sccm)		20	25	30	20	25	30				
O <sub>2</sub> (sccm)		5	10	15	5	10	15				
Pot. Filo (W)		300	300	300	300	300	300				
Muestra	Sustrato	Temp. (°C)	Tiempo Dep. (min)	Ar (sccm)	N <sub>2</sub> (sccm)	I (mA)	V (V)	Pot (W)	Presión base (Torr)	Presión (Torr)	Dist. B_Sust (cm)
TiN	Si (111)	21	5	30	5	500	392	196	4*10 <sup>-5</sup>	3,8*10 <sup>-3</sup>	5
Presión Trabajo(Torr)		3.7*10 <sup>-3</sup>	3.7*10 <sup>-3</sup>	5.2*10 <sup>-3</sup>	3.7*10 <sup>-3</sup>	4.2*10 <sup>-3</sup>	5.2*10 <sup>-3</sup>				
Distancia Blanco-Sustrato(cm)		10	10	10	5	5	5				
Tratamiento Térmico(°C)		540	540	540	600	600	600				
Tiempo Tratamiento Térmico (min)		30	30	30	10	10	10				

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL



Patrón de Difracción de Rayos X obtenido para el TiN



## Textured Thin Film

TiN  $a=b=c= 4.20 \text{ \AA}$  Si  $a=5.4305 \text{ \AA}$   
 Factor de acoplamiento (lattice mismatch)  $\sim 22 \%$

Stress Epitaxial

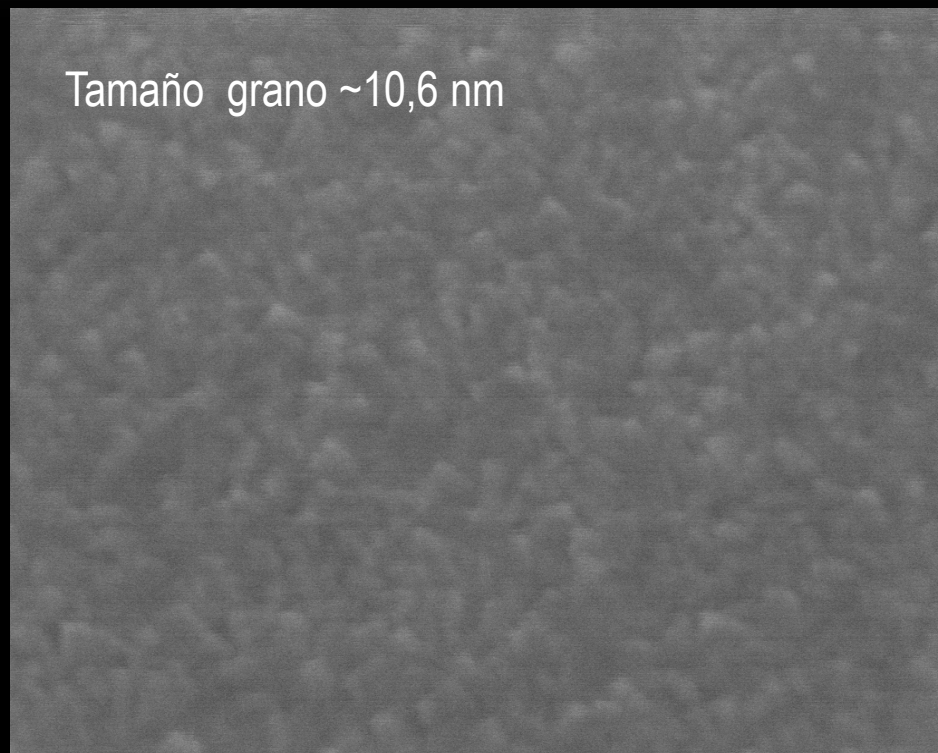
$$\varepsilon_e = \frac{3a_s - a_f}{3a_s} = 0.74$$

$\varepsilon_e > 0$  Esfuerzo de dilatación

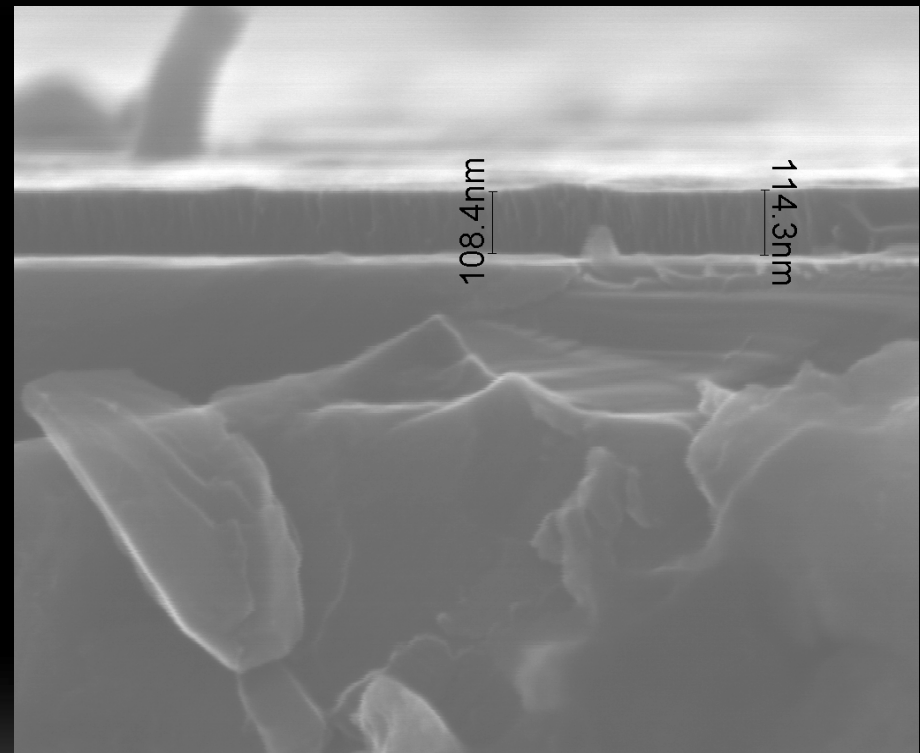
$\varepsilon_e < 0$  Esfuerzo de compresión

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL

## SEM - TiN



HV	WD	Lens Mode	mag	spot	det	vac mode	50 nm
15.0 kV	5.4 mm	Immersion	800 000 x	4.0	TLD	High vacuum	Cimav Monterrey



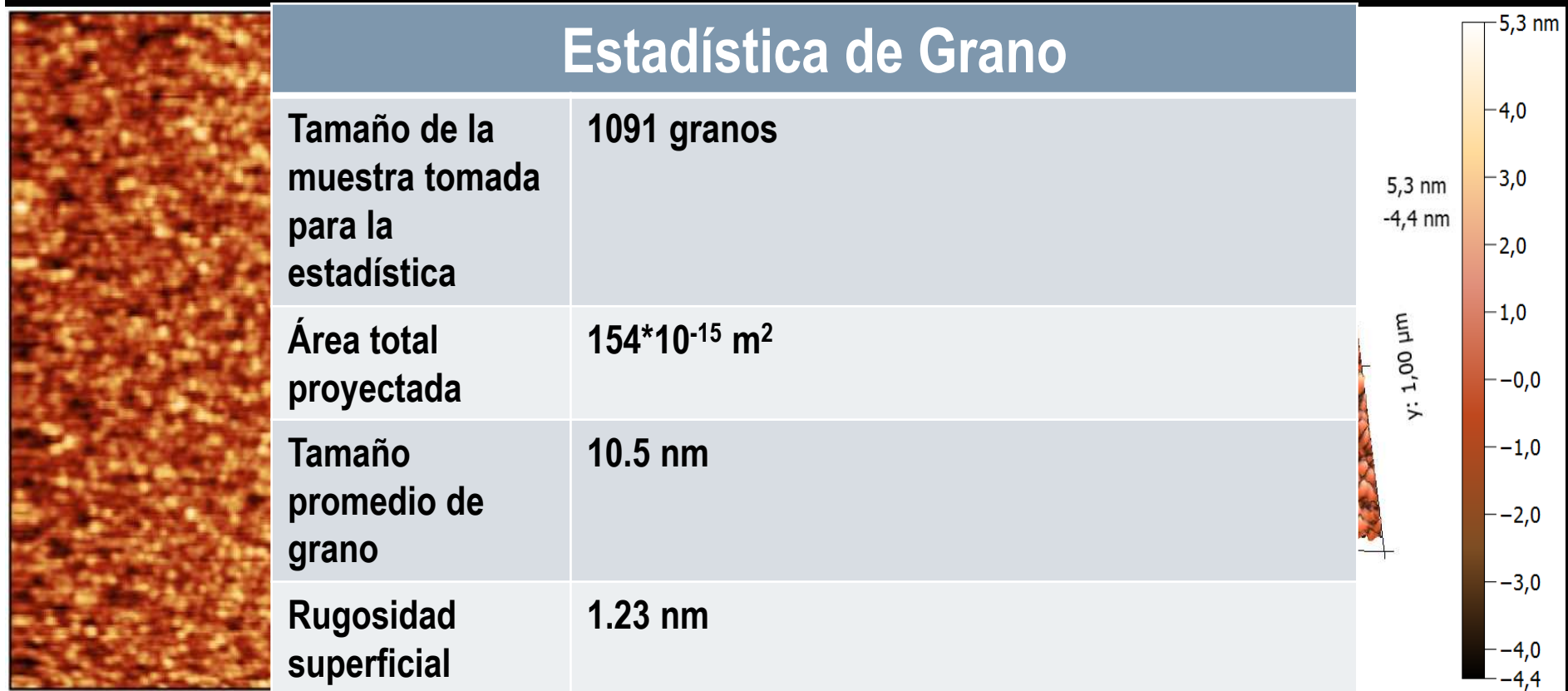
HV	WD	Lens Mode	mag	spot	det	vac mode	300 nm
15.0 kV	5.3 mm	Immersion	200 000 x	4.0	TLD	High vacuum	CIMAV MONTERREY

Vista superficial TiN y vista sección transversal



# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL AFM

AFM

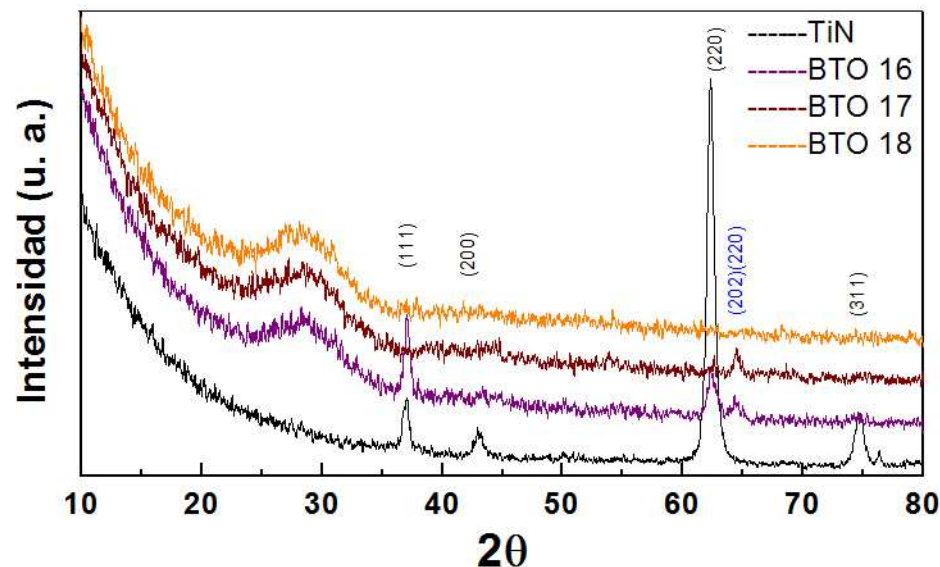


AFM TiN



# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL BTO

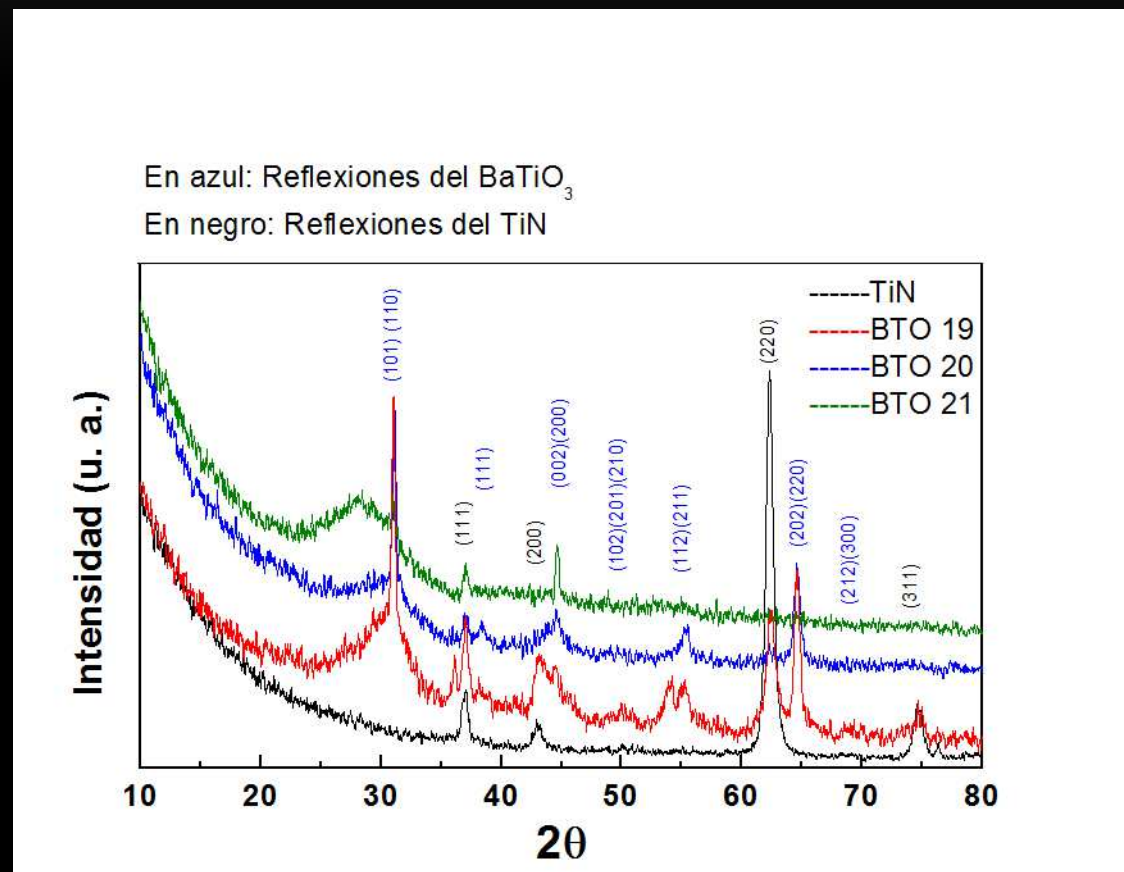
En azul: Reflexiones del BaTiO<sub>3</sub>  
En negro: Reflexiones del TiN



Ar: 30 sccm/O<sub>2</sub>: 15 sccm  
Ar: 25 sccm/O<sub>2</sub>: 10 sccm  
Ar: 20 sccm/O<sub>2</sub>: 5 sccm

Patrón de Difracción de Rayos X Serie 1, T. Térmico 540°C

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL BTO



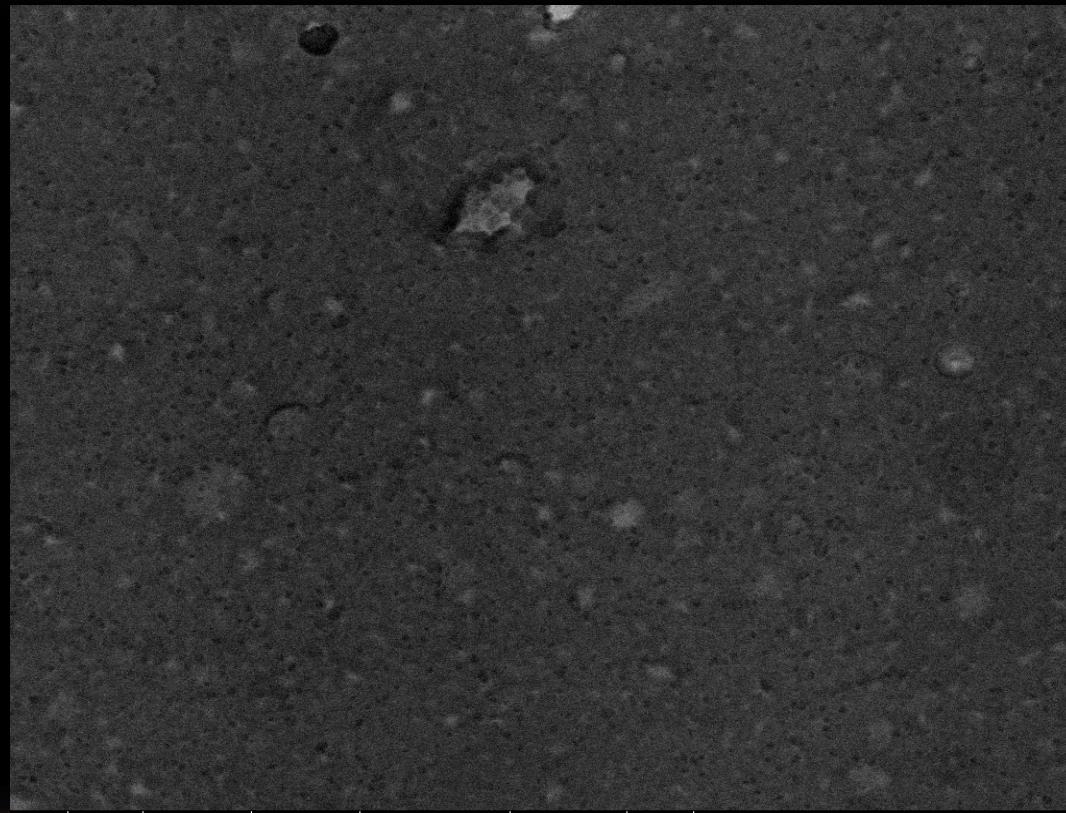
BTO 19 con  $a=4.07$  Å y la capa de TiN con  $a=4.20$  Å. La diferencia (mismatch) entre el parámetro  $a$  de la capa de BTO y el TiN fue de 3.09% (~3%). El valor del parámetro  $c$  calculado para el BTO fue  $c=4.11$  Å.

Patrón de Difracción de Rayos X Serie 2, T. Térmico 600°C

$$\epsilon_e = 0.78$$

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL

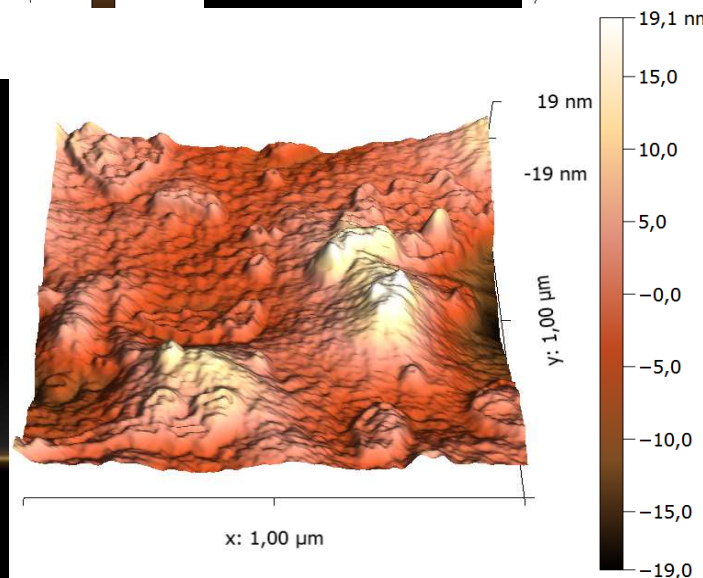
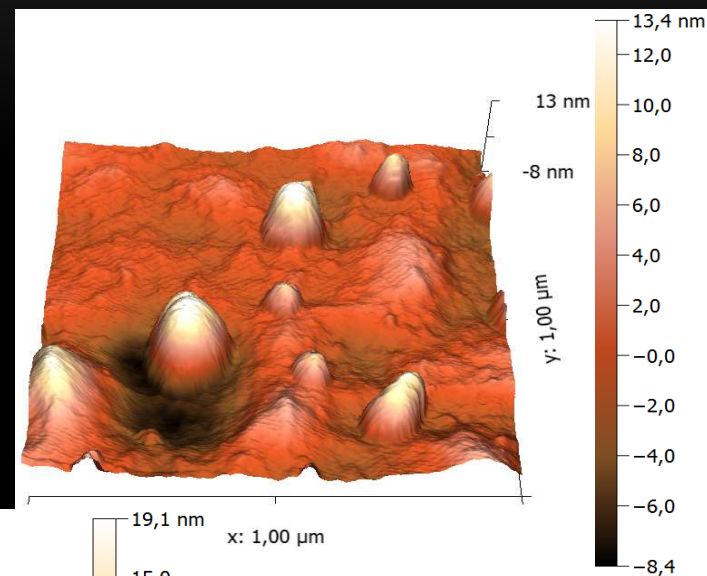
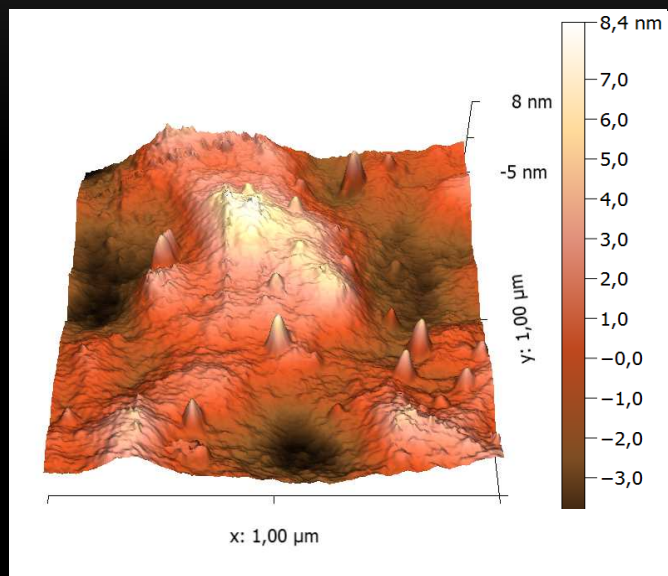
## SEM – BTO Serie 2



det	HV	WD	Lens Mode	mag	spot	10 µm
Helix	15.0 kV	5.3 mm	Immersion	10 000 x	4.0	CIMAV Unidad Monterrey

**Vista superficial BTO 20**

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL



# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL

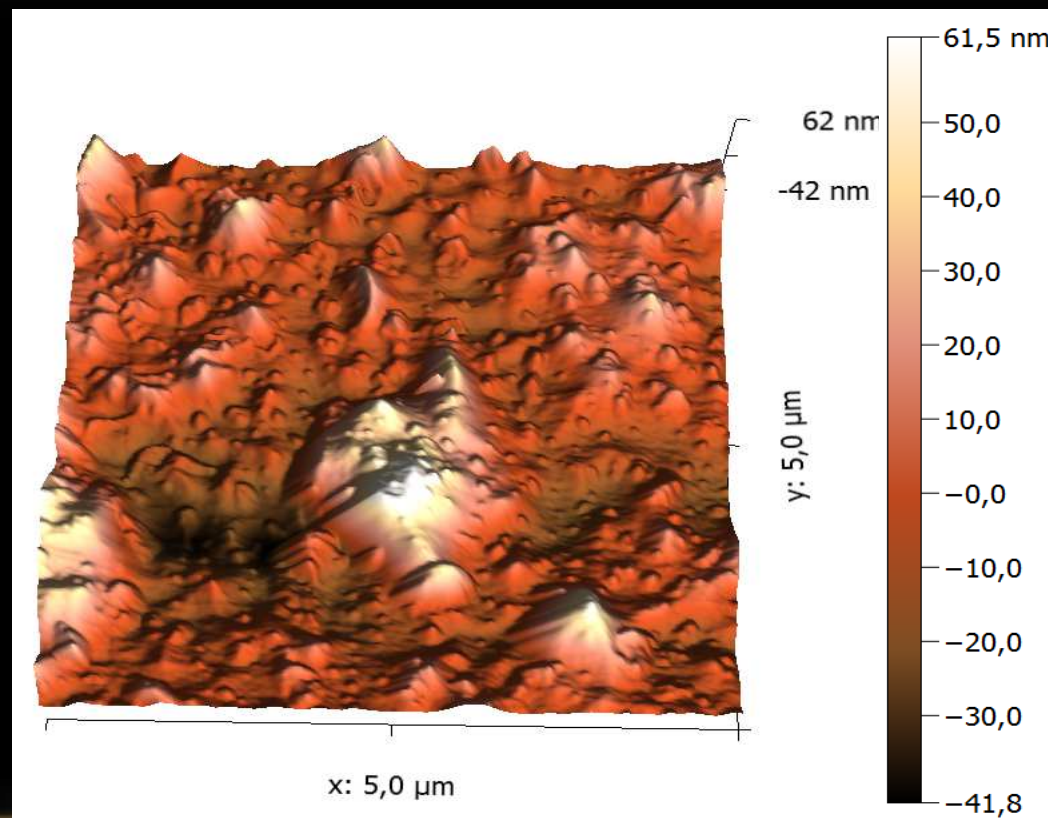
## AFM

	BTO 19	BTO 20	BTO 21
Flujo de Gases	O <sub>2</sub> /Ar 5 sccm /20 sccm	O <sub>2</sub> /Ar 10 sccm /25 sccm	O <sub>2</sub> /Ar 15 sccm /30 sccm
Presión de Trabajo	3.7*10 <sup>-3</sup> Torr	4.2*10 <sup>-3</sup> Torr	5.2*10 <sup>-3</sup> Torr
Parámetros de rugosidad			
Raíz Cuadrática de la Rugosidad Promedio (RMS) (Rq)	2,166 nm	2,705 nm	4,737 nm
Estadística de granos			
Tamaño promedio de granos	33 nm	102 nm	39 nm

AFM BTO 19, BTO 20 y BTO 21

# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL

AFM



AFM BTO 19, BTO 20 y BTO 21



# CARACTERIZACIÓN MORFO-ESTRUCTURAL

## AFM

**Aumento flujo de oxígeno → aumento presión de trabajo → aumento de la rugosidad.**

- Energía de difusión del átomo erosionado se reduce probablemente cuando la presión de oxígeno crece.
- El movimiento lateral en la superficie del sustrato también puede reducirse debido al aumento de las colisiones de los átomos erosionados con los átomos de oxígeno, disminuyendo de esta forma su recorrido libre medio. **Por lo tanto, durante el proceso de crecimiento es de esperar un incremento en la rugosidad superficial de las capas con el aumento de la presión de oxígeno dentro de la cámara.**

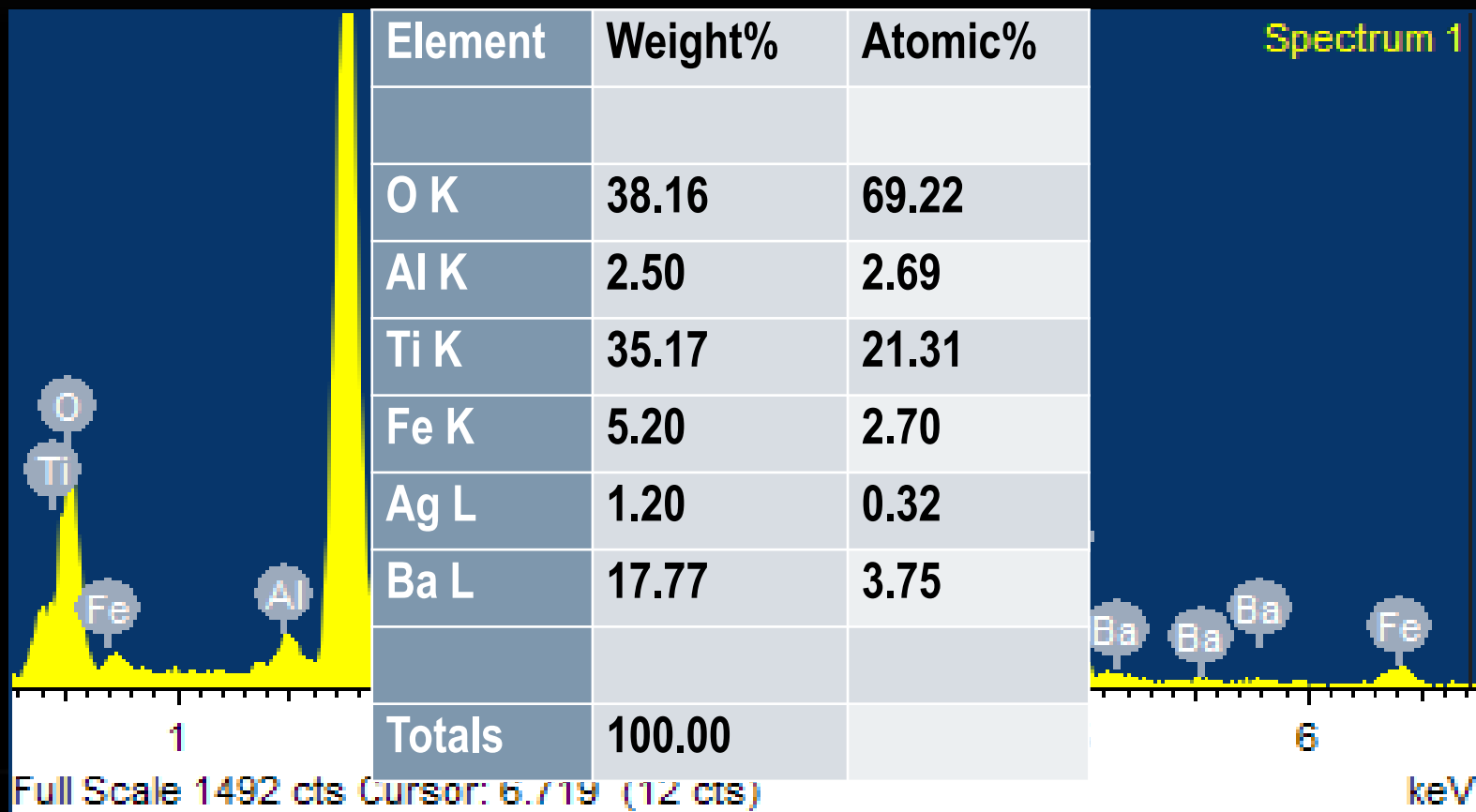
AFM BTO 19, BTO 20 y BTO 21

**Aumento flujo de oxígeno → aumento del tamaño de grano** hasta obtener un **valor máximo** a la presión de  $4.2 \cdot 10^{-3}$  Torr y un flujo de 10 sccm.

- Un incremento en el flujo de oxígeno a 15 sccm y presión de trabajo de  $5.2 \cdot 10^{-3}$  Torr conduce a una disminución en el tamaño de grano sugiriendo la existencia de un **límite para el crecimiento de los granos.**

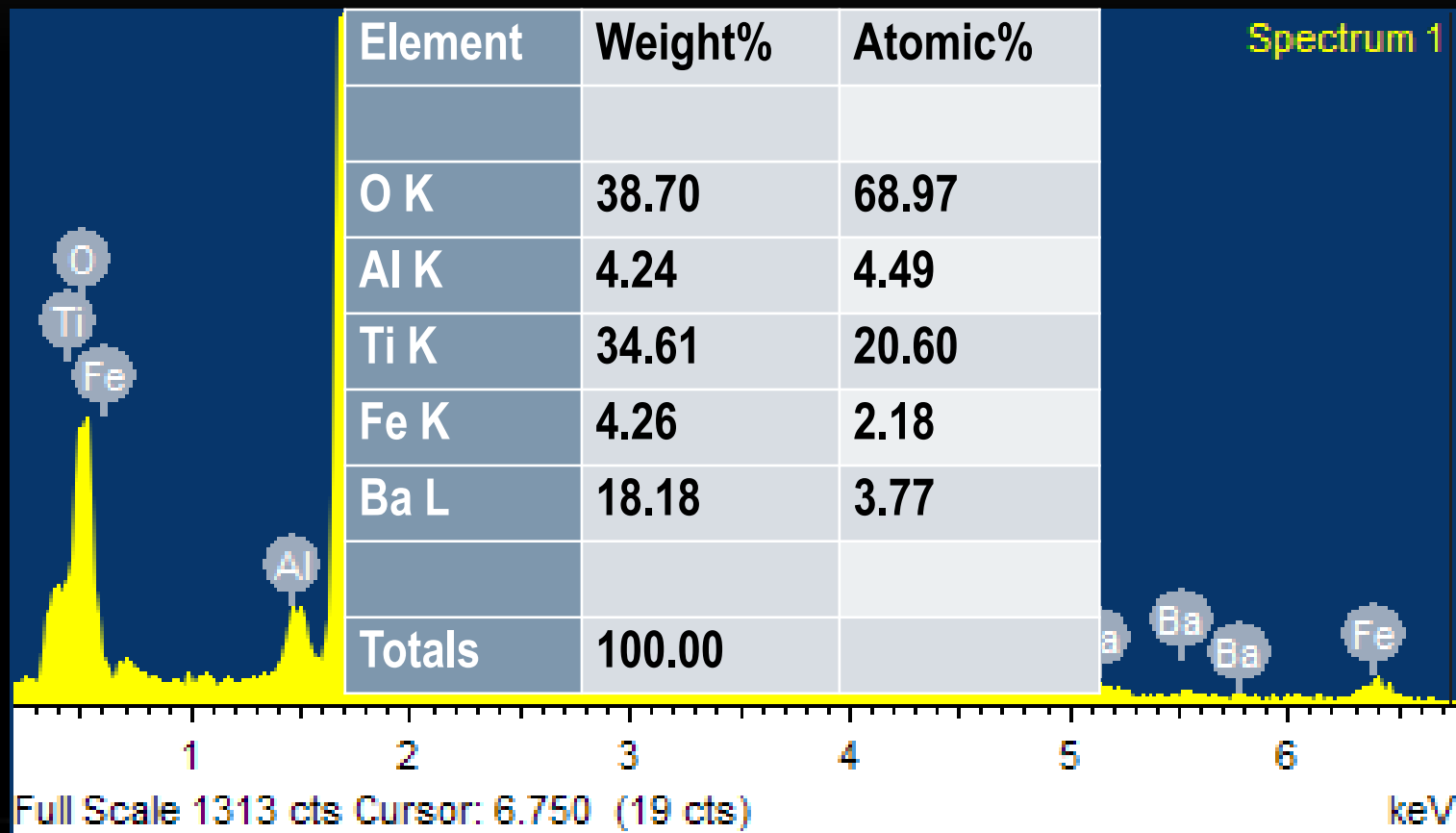
# CARACTERIZACIÓN COMPOSICIONAL

## EDS - BTO 19



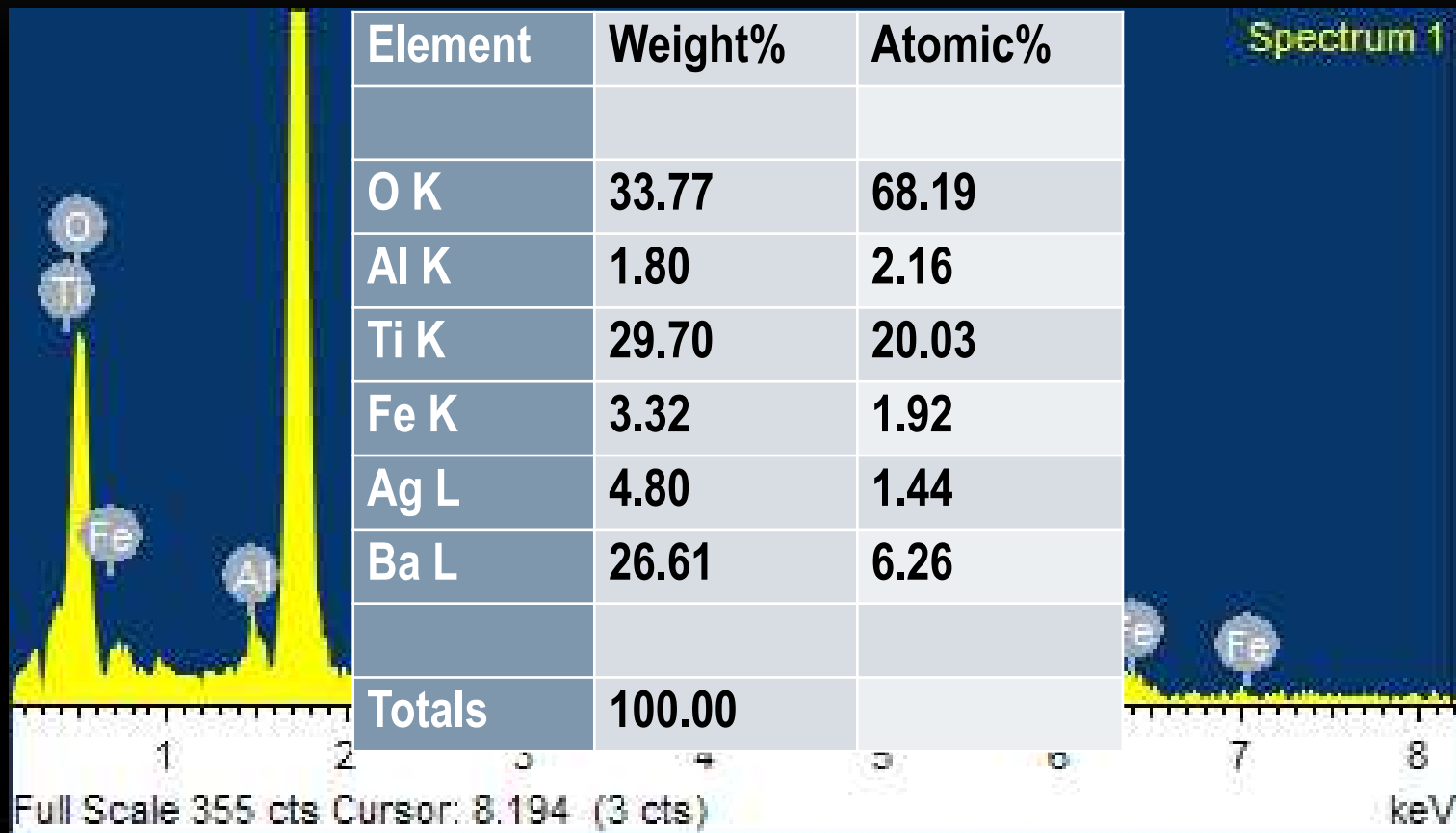
# CARACTERIZACIÓN COMPOSICIONAL

## EDS - BTO 20



# CARACTERIZACIÓN COMPOSICIONAL

## EDS - BTO 21



**¡MUCHAS GRACIAS POR LA  
ATENCIÓN BRINDADA!**